



Etude de l'influence de la vitesse de déformation sur la réponse à l'indentation des matériaux polymères

Liva Rabemananjara

► To cite this version:

Liva Rabemananjara. Etude de l'influence de la vitesse de déformation sur la réponse à l'indentation des matériaux polymères. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Rennes 1, 2015. Français. NNT : 2015REN1S075 . tel-01285396

HAL Id: tel-01285396

<https://theses.hal.science/tel-01285396>

Submitted on 9 Mar 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE / UNIVERSITÉ DE RENNES 1
sous le sceau de l'Université Européenne de Bretagne

pour le grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1

Mention : Mécanique

Ecole doctorale SDLM

présentée par

Liva RABEMANANJARA

Préparée au LGCGM EA 3913
Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique
Sciences et Propriétés de la Matière

**Etude de l'influence
de la vitesse de
déformation sur la
réponse à
l'indentation des
matériaux polymères**

**Thèse soutenue à l'INSA de Rennes
le 26 novembre 2015**

devant le jury composé de :

Pascal MOGNOL

Professeur, ENS de Rennes / Examineur

Christian GAUTHIER

Professeur, ICS, Univ. Strasbourg / Rapporteur

Guillaume KERMOUCHE

Professeur, Mines Saint-Etienne / Rapporteur

Lalaonirina R. RAKOTOMANANA

Professeur, IRMAR, UR 1 / Examineur

Gérard MAUVOISIN

MCF HDR, LGCGM, UR 1 / Directeur de thèse

Adinel GAVRUS

MCF HDR, LGCGM, INSA / Co-Directeur de thèse

Xavier HERNOT

MCF, LGCGM, UR 1 / Encadrant

Jean-Marc COLLIN

MCF, LGCGM, IUT de Nantes / Encadrant

Remerciements

Un grand merci à mon directeur de thèse, Gérard MAUVOISIN, qui m'a beaucoup appris, à travers ses expériences, le principe de fonctionnement du monde de la recherche et de l'enseignement supérieur.

Je tiens également à remercier l'équipe indentation au sein du Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique, notamment Xavier HERNOT et Jean Marc COLLIN. Mes très chers encadrants, merci pour votre accueil et votre aide, franchement vous êtes les meilleurs.

Merci à Adinel GAVRUS, mon co-directeur de thèse.

Merci à toute l'équipe du GMA de l'INSA de Rennes.

Un grand merci également à Sylvain RIGAUD qui m'a beaucoup aidé et a réalisé les éprouvettes malgré son emploi du temps chargé.

Ah ! J'ai failli oublier un des plus importants..., un grand merci également à mon très cher collègue de travail Mohamad IDRIS.

Bon ! Je ne suis pas trop bavard alors merci infiniment !

Liva

Table des matières

<i>Introduction générale</i>	<i>7</i>
<i>Chapitre 1 : Les matériaux polymères thermoplastiques</i>	
<i>1 Généralités sur les matériaux polymères</i>	<i>15</i>
1.1 Classification selon leur origine	16
1.2 Classification selon leur mise en œuvre	16
<i>2 Microstructure des polymères thermoplastiques</i>	<i>16</i>
2.1 Structure de la macromolécule	17
2.2 Arrangement entre macromolécules	17
2.2.1 Polymères amorphes	18
2.2.2 Polymères semi-cristallins	19
<i>3 Comportement mécanique et mécanismes de déformation des polymères thermoplastiques</i>	<i>20</i>
3.1 Particularités des thermoplastiques amorphes	22
3.1.1 Déformation anélastique	23
3.1.2 Déformation plastique	24
3.2 Particularités des thermoplastiques semi-cristallins	25
3.3 Relation entre mécanisme de déformation microscopique et comportement mécanique macroscopique	26
<i>4 Modélisation du comportement des polymères solides</i>	<i>27</i>
4.1 Cadre général de la modélisation de la loi de comportement macroscopique	27
4.2 Loi de comportement des polymères solides	29
4.2.1 Comportement élasto-viscoplastique	30
4.2.2 Modèle DNLR (Distribution of Non Linear Relaxations)	35
4.2.3 Comportement viscoélastique-viscoplastique	39
4.2.4 Synthèse sur la modélisation de la loi de comportement des polymères solides	42
<i>5 Essai de caractérisation mécanique macroscopique des polymères solides</i>	<i>42</i>
<i>6 Quelques applications industrielles pour les polymères thermoplastiques</i>	<i>43</i>
<i>7 Conclusion</i>	<i>44</i>

Chapitre 2: Caractérisation des matériaux de référence par compression

1	Essai expérimental de compression monotone	49
1.1	Expérimentation et mode de dépouillement de l'essai	49
1.1.1	Dispositifs expérimentaux	49
1.1.2	Dépouillement analytique de l'essai de compression	50
1.2	Résultats et discussions	54
2	Modélisation de la loi de comportement	58
2.1	Identification des paramètres rhéologiques de la loi de G'sell	58
2.2	Identification des paramètres rhéologiques de la loi de G'sell modifiée	59
2.3	Identification des paramètres d'une loi de type Hollomon	62
3	Simulations numériques	63
3.1	Simulation numérique des essais de compression	63
3.2	Simulation numérique des essais d'indentation	66
3.3	Simulation avec prise en compte du couplage thermomécanique	68
4	Conclusion	73

Chapitre 3 : Caractérisation mécanique par indentation

1	Genèse de l'essai d'indentation	77
1.1	Essai de dureté	77
1.2	Indentation instrumentée	79
2	Caractérisation mécanique par indentation	79
2.1	Les différentes méthodes d'approches utilisées pour le dépouillement des courbes d'indentation	80
2.1.1	Utilisation des modèles d'indentation	80
2.1.2	Identification par analyse inverse	81
2.2	Caractérisation mécanique des matériaux « elasto-plastiques » par indentation	82
2.2.1	Détermination des propriétés élastiques par indentation	82
2.2.2	Détermination de la courbe d'écrouissage par indentation	84
2.3	Caractérisation mécanique des matériaux sensibles à la vitesse de déformation par indentation	90
2.3.1	Détermination du module d'élasticité des polymères par indentation	91
2.3.2	Vitesse de déformation représentative par indentation	94
2.4	Fluage par indentation	100

Chapitre 4: Etude théorique et numérique de l'indentation, analyse inverse, concept de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative

1	Influence du frottement sur la réponse en indentation des polymères	109
2	Identification par analyse inverse à partir d'une courbe d'indentation pseudo-expérimentale	111
2.1	Algorithme simplexe	114
2.2	Méthodes quasi-Newton : BFGs	115
2.3	Résultats et discussion sur l'identification par analyse inverse	116
3	Etude théorique de l'essai d'indentation	120
3.1	Similarité géométrique en indentation	120
3.2	Le concept de déformation représentative	121
3.2.1	Observation du domaine de solution	122
3.2.2	Calcul de la déformation représentative et de la vitesse de déformation représentative par la méthode du gradient	126
3.3	Cas rigide plastique et rigide viscoplastique	129
3.3.1	Déformation représentative dans le cas d'un matériau rigide plastique	129
3.3.2	Vitesse de déformation représentative dans le cas d'un matériau rigide viscoplastique	131
3.4	Cas d'un matériau élastique-viscoplastique	139
3.4.1	Vitesse de déformation représentative moyenne	141
3.4.2	Critère d'identifiabilité des variables à partir de la matrice Hessienne	145
3.4.3	Identification de m par régression elliptique	146
3.4.4	Critère d'identifiabilité à partir de la forme elliptique	149
3.4.5	Détermination du coefficient d'écrouissage n et de la consistance K	150
4	Conclusion	152

Chapitre 5: Identification sur un matériau réel

1	Mesures expérimentales	155
1.1	Difficultés rencontrées lors de l'exploitation de la courbe d'indentation	155
1.2	Exploitation des courbes force-déplacement en indentation	156

2	<i>Résultats et discussion</i>	157
2.1	<i>Résultats de l'identification par analyse inverse à partir des courbes d'indentation expérimentales</i>	157
2.1.1	<i>Identification sur des courbes d'indentation à différentes vitesses de pénétration</i>	157
2.1.2	<i>Identification à partir des courbes d'indentation obtenues par deux angles de cône</i>	159
2.2	<i>Déformation représentative et vitesse de déformation représentative moyenne</i>	161
3	<i>Conclusion</i>	165
	 <i>Conclusion générale</i>	 167
	<i>Perspectives</i>	172
	<i>Annexes</i>	173
	<i>Références bibliographiques</i>	177

Introduction générale

Le choix d'un matériau à utiliser pour une application donnée est dicté par son aptitude à répondre, à travers ses propriétés, aux critères imposés. Par exemple, pour un câble électrique, le critère le plus important est la capacité du matériau à conduire le courant électrique. Ainsi, le choix est ici fixé par la conductivité électrique qui est une propriété physique. Pour une pièce d'un moteur de véhicule, c'est la capacité du matériau à résister à différentes sollicitations mécaniques et thermiques qui importe, donc ce sont les propriétés thermomécaniques qui sont prises en considération. Ainsi, la connaissance du matériau, la connaissance de sa structure à l'échelle microscopique, à l'échelle mésoscopique et à l'échelle macroscopique, son mécanisme de déformation et sa réponse suite à une excitation, sont des étapes préalables indispensables pour une utilisation des matériaux à bon escient. L'élaboration de matériaux nouveaux est un domaine d'étude qui a pour objectif d'optimiser les performances des matériaux selon les applications prévues. Des techniques de caractérisation mécanique sont nécessaires pour quantifier les performances mécaniques des matériaux.

La caractérisation mécanique des matériaux est une étape cruciale pour le dimensionnement d'une structure mécanique puisqu'il s'appuie sur les propriétés du matériau pour assurer la tenue en service, la sécurité, la qualité voire le confort. Les essais classiques de caractérisation, normalisés, les plus utilisés sont les essais de traction, de compression et de cisaillement. Ces essais sont effectués avec une forme d'éprouvette bien définie, choisie pour que le champ de déformation dans la zone utile de l'éprouvette soit homogène. Cette condition d'homogénéité du champ de déformation facilite le dépouillement analytique de ces essais en utilisant des hypothèses simplificatrices telles que la conservation du volume, l'hypothèse de contrainte plane ou de déformation plane. De nos jours, ces essais normalisés peuvent très bien être utilisés pour caractériser plusieurs gammes de matériaux, à différentes températures et différentes vitesses de sollicitation. Cependant, on ne dispose pas toujours du volume de matériau suffisant pour extraire des éprouvettes normalisées permettant de réaliser les essais classiques. On peut alors avoir recours à des tests de caractérisation locale par test de dureté qui présentent l'intérêt de ne nécessiter qu'un faible volume de matériau.

L'essai de dureté est un essai qui consiste à appliquer une charge sur un indenteur, ou pointe, en contact avec la surface du matériau à caractériser. La mesure de la taille de l'empreinte résiduelle conduit à une valeur de dureté. Contrairement aux essais classiques précédemment cités qui permettent de déterminer la loi de comportement donnant l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie, la valeur de dureté ne donne qu'un ordre

d'idée de la résistance mécanique du matériau testé. Inspiré de l'essai de dureté, l'essai d'indentation instrumentée figure aussi parmi les essais de caractérisation mécanique locale des matériaux. Cet essai consiste à enfoncer un pénétrateur à la surface d'un matériau et de mesurer continuellement la charge F appliquée en fonction de la valeur de pénétration h . Le pénétrateur, appelé indenteur, peut avoir une forme conique, sphérique ou pyramidale. L'idée est alors de déterminer, à partir de la courbe d'indentation F - h du matériau, certaines propriétés mécaniques intrinsèques ou paramètres de la loi de comportement. Cependant comme l'essai n'est pas encore normalisé pour l'obtention de ces paramètres et que le champ de contrainte et de déformation sous l'indenteur est très hétérogène, plusieurs théories ont été proposées pour dépouiller les résultats obtenus. A la base se trouve la théorie de Tabor qui se résume au fait que la dureté d'un matériau est proportionnelle à sa contrainte d'écoulement. On trouve ensuite la théorie de la déformation représentative qui ne possède pas non plus une définition universelle. La théorie permet d'exploiter les courbes d'indentation pour déterminer quelques paramètres de la loi de comportement d'un matériau. Une autre méthodologie pour exploiter l'essai d'indentation utilise l'analyse inverse. Cette méthodologie consiste à déterminer le jeu de paramètres de la loi de comportement qui minimisent l'écart entre les grandeurs mesurables expérimentalement et celles obtenues par simulation numérique. Actuellement, ces deux méthodologies permettent de déterminer le module d'élasticité et les paramètres d'une loi de Hollomon pour un matériau dit élastique-plastique. Pour étendre le champ d'applications de l'essai d'indentation, nous nous intéressons ici à l'indentation des matériaux dont la réponse dépend de la vitesse de sollicitation.

Dans la littérature, peu de travaux sont proposés pour caractériser le comportement mécanique d'un matériau dépendant de la vitesse de déformation à partir de l'essai d'indentation instrumentée. Ainsi, l'objectif de ce travail est d'étudier l'influence de la vitesse de déformation sur la réponse à l'indentation des matériaux et c'est dans ce cadre que nous avons choisi les matériaux polymères comme matériaux d'étude en raison de leur sensibilité à la vitesse de déformation remarquable même à température ambiante.

Le premier chapitre de cette thèse est focalisé sur une bibliographie des matériaux polymères afin de les présenter et de les classer selon leur microstructure et leur mise en œuvre. Le paragraphe cœur de ce chapitre est dédié au mécanisme de déformation des polymères thermoplastiques et à la modélisation de leur comportement. En ce qui concerne la modélisation de la loi de comportement, nous avons présenté quelques lois de comportement macroscopiques issues d'une approche phénoménologique. Le rappel des lois de

comportement présentées dans la littérature et leur analyse nous permettront de prendre un recul sur le choix de la loi de comportement à utiliser pour étudier la réponse à l'indentation de ces matériaux. En effet, parmi les travaux existants, certains considèrent que le comportement du polymère est viscoélastique uniquement tandis que d'autres ne considèrent que la viscoplasticité. En réalité, c'est la combinaison des deux qui est vraie.

Dans le second chapitre est présentée la caractérisation mécanique à partir d'un essai de compression simple des matériaux polymères qui ont été choisis comme matériaux d'étude, à savoir le Polycarbonate (PC), le Polyméthylméthacrylate (PMMA), le Polyéthylène à Haute Densité (PEHD) et le Polyamide Nylon 6.6 renforcé à 30% de fibres de verres (PA 6.6-30% GFR). Dans ce chapitre nous présentons la méthode de dépouillement analytique des essais de compression ainsi que les résultats obtenus. A partir des courbes contrainte-déformation obtenues, nous déterminons les paramètres de plusieurs lois de comportement. Enfin, nous en testons la validité en comparant le résultat des simulations numériques de l'essai de compression et les courbes de compression expérimentales obtenues.

Le troisième chapitre est une bibliographie présentant les travaux effectués sur la caractérisation mécanique par indentation. Ainsi un premier paragraphe est dédié à un bref historique de l'indentation instrumentée, depuis sa genèse à partir de l'essai de dureté. Ensuite, la deuxième partie aborde les différentes approches utilisées dans la caractérisation mécanique par indentation. Ce chapitre nous servira de base et de référence pour le quatrième chapitre.

Le quatrième chapitre concerne l'étude théorique de l'indentation sur matériaux dont le comportement dépend de la vitesse de déformation. Pour cette étude, nous supposons que le matériau est isotrope et que son comportement mécanique suit la loi de type puissance à trois paramètres. Une première partie est consacrée à l'étude de l'influence du frottement et une deuxième partie est consacrée à l'identification par analyse inverse des paramètres rhéologiques de la loi de comportement à partir des courbes d'indentation pseudo-expérimentales. De plus, une dernière partie sera dédiée à un nouveau concept de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative en indentation conique, se basant sur les jeux de paramètres donnant les mêmes courbes d'indentation.

Le dernier chapitre concerne l'application de l'étude théorique sur l'essai d'indentation expérimentale. Dans ce chapitre, des essais d'indentation expérimentaux ont été réalisés d'une part pour valider la théorie exposée dans le chapitre précédent, et d'autre part pour montrer

tous les problèmes rencontrés lors de l'exploitation de l'essai et leur influence sur la crédibilité des résultats obtenus. Pour terminer, une discussion est proposée sur l'analyse des résultats obtenus, sur les difficultés rencontrées et sur les perspectives envisagées pour la suite de l'étude.

Enfin, ce mémoire se termine par une conclusion et quelques perspectives issues de travail de thèse.

Chapitre 1

Les matériaux polymères thermoplastiques

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique sur les matériaux polymères et notamment sur leur comportement mécanique. Les matériaux polymères ont été choisis comme matériaux d'étude dans le cadre de ce travail du fait de leur forte sensibilité à la vitesse de déformation même à température ambiante. La caractérisation mécanique d'un matériau en vue de modéliser son comportement demande une bonne connaissance du matériau lui-même ainsi qu'une bonne compréhension des mécanismes physiques qui provoquent ou accompagnent sa déformation. Cette synthèse permettra de faire un rappel sur les polymères, sur les différentes classes de polymères, sur le mécanisme de déformation des polymères à différentes échelles d'observations, sur les lois de comportement utilisées pour modéliser leur comportement mécanique à l'échelle macroscopique et sur les essais de caractérisation mécaniques habituellement utilisés pour caractériser ces matériaux.

1 Généralités sur les matériaux polymères

Le mot polymère vient de deux mots grecs, « polus » qui signifie plusieurs et « meros » qui signifie partie. Au sens propre et figuré, on peut désigner par le terme polymère tous les matériaux constitués de plusieurs enchaînements de macromolécules obtenus par synthèse ou par transformation de matériaux naturels. Par définition un polymère est donc un ensemble de macromolécules [1]. Une macromolécule est une très longue chaîne constituée de plusieurs milliers d'unités de base appelées monomères. Les monomères sont essentiellement constitués d'atomes de carbone. Le nombre d'unités monomères qui forment une macromolécule est appelé Degré de Polymérisation [2, 3] et il est proportionnel à la masse molaire du matériau polymère. Les liaisons atomiques le long d'une chaîne sont assurées par des liaisons covalentes, qualifiées de liaisons fortes de sorte qu'elles sont supposées ne pas se rompre sous l'action d'une contrainte mécanique.

Les polymères peuvent présenter plusieurs types de propriétés mécaniques bien spécifiques selon l'architecture des macromolécules et leur cohésion. C'est une des raisons qui explique leur utilisation dans un vaste domaine d'application, notamment dans la construction où ils remplacent les matériaux traditionnels tels que l'acier, le bois, la pierre, les verres, les céramiques, etc... Ils sont aussi utilisés dans des applications technologiques spécifiques telles que l'industrie automobile ou l'aéronautique.

Les matériaux polymères peuvent être classés suivant plusieurs critères :

1.1 Classification selon leur origine

Il existe des polymères naturels qui sont d'origine animale et végétale, tels que la famille des Polysaccharides (cellulose et amidon) ou l'ADN qui est un polymère de nucléotides ; les polymères artificiels qui sont obtenus par la modification des polymères naturels ; et les polymères synthétiques fabriqués par l'homme suivant un processus de polymérisation. C'est cette dernière qui sera la plus abordée dans ce chapitre.

1.2 Classification selon leur mise en œuvre

Les polymères sont classés ci-dessous en trois groupes distincts selon leur mise en œuvre :

- (i) Les thermoplastiques tels que le polyéthylène à basse densité (PEBD), le Polychlorure de vinyle (PVC), le Polyméthacrylate de méthyle (PMMA), appelé commercialement Plexiglass, le Polypropylène (PP) ou le Polycarbonate (PC) appelé aussi Makrolon, peuvent avoir une structure amorphe ou semi-cristalline. Ces matériaux se ramollissent à la température jusqu'à un état fondu et se rigidifient à nouveau au refroidissement. Ce sont des polymères recyclables. D'un point de vue moléculaire, ils sont constitués de macromolécules linéaires ou ramifiées dont la cohésion est assurée par des liaisons de type Van-Der-Walls. Dans ce chapitre, ce sont les thermoplastiques qui seront abordés.
- (ii) Les thermodurcissables tels que les Phénoplastes (PF), les Aminoplastes (UF, MF) ou le polyuréthane (PUR), sont largement utilisés pour leur stabilité thermique et leurs bonnes propriétés élastiques. En revanche, ils ne peuvent être mis en œuvre qu'une seule fois par polymérisation, et ne peuvent plus être ramollis après durcissement. Ces polymères thermodurcissables sont obtenus par réaction chimique entre une résine, un durcisseur, un accélérateur et d'autres additifs. La résine de départ est composée de quelques unités de monomères, d'où une viscosité plus faible pour les thermodurcissables que pour les thermoplastiques.
- (iii) Les élastomères sont des polymères amorphes qui sont réputés pour leur grande déformabilité réversible.

2 Microstructure des polymères thermoplastiques

Pour étudier la structure d'un polymère, il est nécessaire de définir deux échelles d'observation : la structure de la macromolécule individuelle et l'arrangement des

macromolécules les unes par rapport aux autres. L'arrangement macromoléculaire peut se présenter comme une structure semi-cristalline ou totalement amorphe et par conséquent les propriétés mécaniques en dépendent.

2.1 Structure de la macromolécule

La structure macromoléculaire est constituée de plusieurs monomères identiques dont le squelette est souvent à base de carbone liés par des liaisons covalentes. Les macromolécules peuvent se présenter sous forme monodimensionnelle, c'est-à-dire l'assemblage des monomères se développe en une seule direction de l'espace (Figure 1-a) et peut éventuellement posséder des ramifications à faible longueur (Figure 1-b). Dans cette dernière catégorie se trouve la majorité des polymères thermoplastiques : le Polyéthylène (PE), le Polypropylène (PP), le Polychlorure de Vinyle (PVC), les Polyamides (PA6, PA 6.6, PA 12), le Polycarbonate (PC), le Poly-méthacrylate de Méthyle (PMMA)...

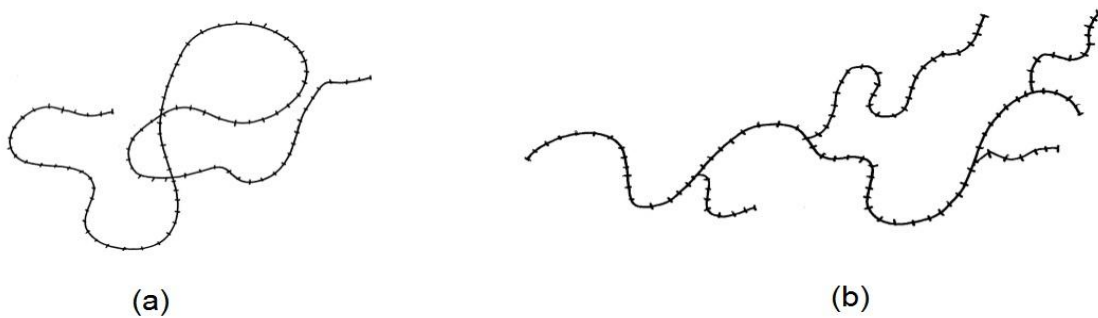


Figure 1: Représentation schématique des différentes architectures macromoléculaires d'un polymère monodimensionnel: (a) Polymère linéaire, (b) polymère ramifié [4]

A titre d'information, les macromolécules peuvent aussi se présenter sous formes lamellaires ou bidimensionnelles, c'est-à-dire que les chaînes atomiques se développent dans deux directions de l'espace et sous forme réticulée ou tridimensionnelle. Dans cette dernière catégorie se trouvent les thermodurcissables et les élastomères.

2.2 Arrangement entre macromolécules

Les liaisons entre les macromolécules sont de types Van-Der-Waals (Figure 2), leurs énergies de liaisons sont très inférieures à celles des liaisons covalentes et ainsi ce sont ces liaisons qui se rompent en premier lorsque le polymère est sollicité mécaniquement. Cependant, la molécule de Carbone peut subir une rotation sur le cône de valence et c'est ce qui engendre les conformations de la chaîne de la macromolécule et plus loin une contribution à la déformation des polymères.

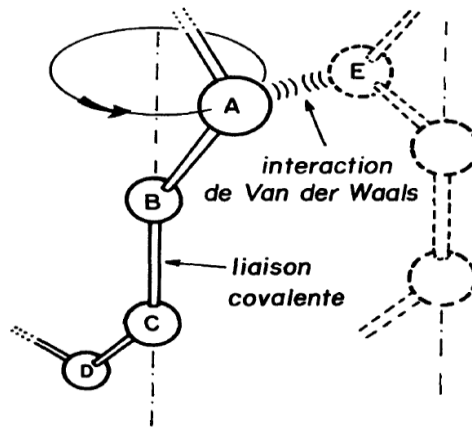


Figure 2: Représentation schématique d'un chaîne de macromolécules [5]

2.2.1 Polymères amorphes

L'arrangement spatial des chaînes de macromolécules peut être totalement désordonné. C'est le cas des polymères amorphes. Autrement dit, la distance entre les chaînes de macromolécules constituant la matière n'est pas constante. Les chaînes sont disposées et orientées de manière aléatoire pour avoir une configuration enchevêtrée en pelote statistique [6].

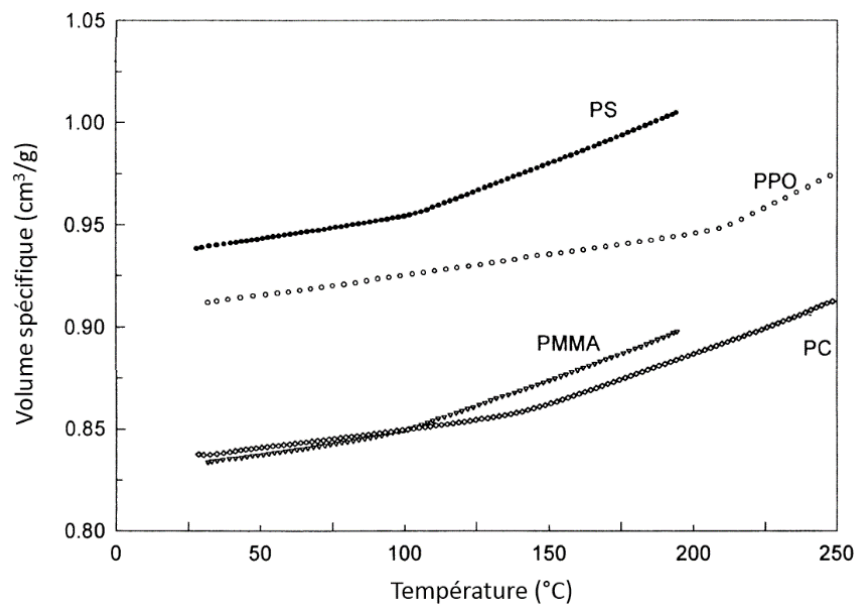


Figure 3: Volume spécifique lors du refroidissement de 4 polymères: le Polystyrène (PS), le Poly(méthylméthacrylate) (PMMA), le Bisphenol-A polycarbonate (PC), le Poly(2,6-diméthylphenyleneoxide) (PPO)[7]

Lors de son refroidissement le polymère tend à minimiser son énergie interne et la matière a tendance à se densifier. Cependant la densification n'est jamais parfaite, il reste des espaces

libres distribués régulièrement dans la matière qui permettront le déplacement des atomes et par conséquent la déformation de la matière. Ce volume n'est autre que le volume libre. La proportion de ces volumes libres dépend de la cinétique de refroidissement du polymère (figure 3) et donc la microstructure des polymères amorphes en dépend aussi. Ce volume libre est la principale cause de l'existence d'un crochet de contrainte au niveau de la courbe contrainte-déformation.

2.2.2 Polymères semi-cristallins

Pour certains thermoplastiques, il peut y avoir une certaine régularité dans la disposition des atomes mais la cristallisation ne peut jamais être totale, d'où l'appellation polymère semi-cristallin. Lorsque les chaînes de macromolécules sont disposées les unes parallèles aux autres, alors la régularité de la structure moléculaire peut exister [8, 9].

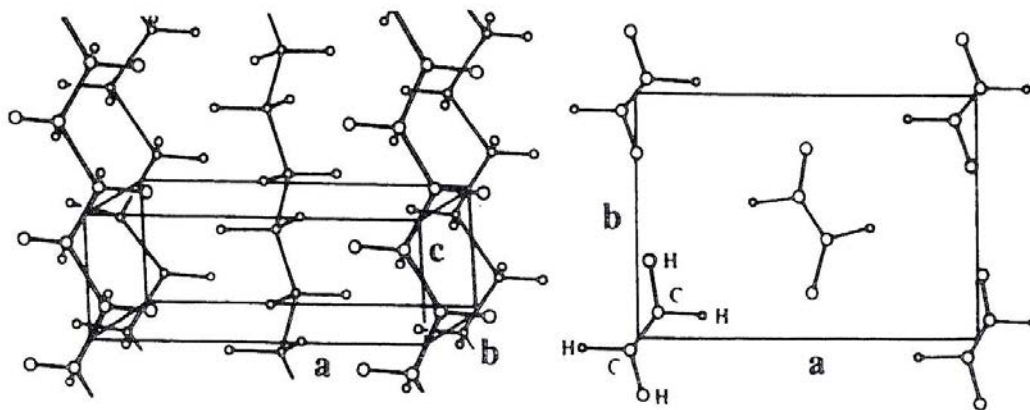


Figure 4: Schéma idéalisé de la structure cristalline orthorhombique du polyéthylène [10]

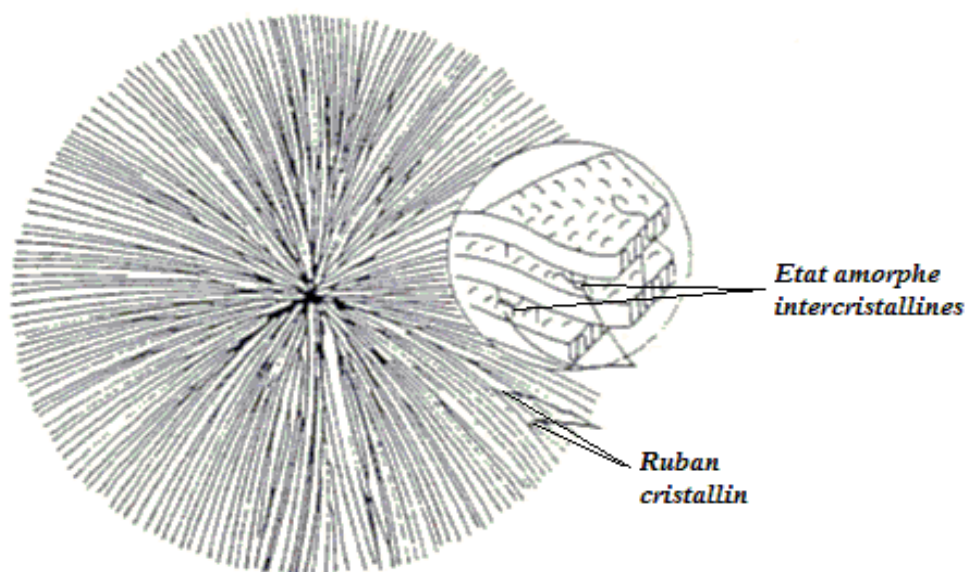


Figure 5: Représentation schématique d'un sphérolite et des lamelles le constituant [11]

L'assemblage de ces régularités forme alors une morphologie cristalline qui est essentiellement lamellaire. L'épaisseur des lamelles est souvent de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres [12]. A une échelle un peu plus importante, ces lamelles cristallines et l'état amorphe dans les zones interlamellaires s'organisent en un arrangement polycristallin appelé sphérolites (Figure 5). La taille des sphérolites varie d'un micromètre à plusieurs dizaines de millimètres .

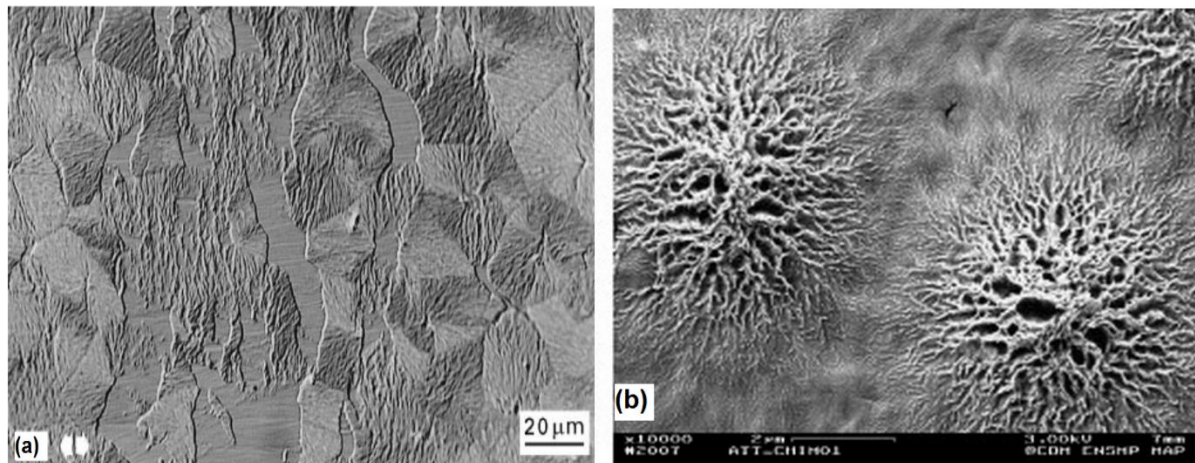


Figure 6: Image des sphérolites : (a) d'un Polyéthylène à haute densité observé au microscope électronique à transmission (MET) [13] – (b) d'un Polyamide 6 observé au microscope à balayage électronique (MEB) [14]

3 Comportement mécanique et mécanismes de déformation des polymères thermoplastiques

Pour étudier le comportement mécanique d'un matériau, il est nécessaire de définir un domaine d'état dans lequel son comportement varie peu dans un certain domaine de température et dans les conditions d'usage. Sous le terme « état » se trouve la totalité de propriétés macroscopiques associées au matériau. Pour les matériaux polymères, on peut distinguer les états fondamentaux suivants, selon la température :

- (i) Etat vitreux ou état solide
- (ii) Etat caoutchoutique
- (iii) Etat fondu ou liquide

Entre ces domaines, il y a des zones de transitions qui sont la zone de transition vitreuse et la zone de fusion. La description du comportement des matériaux polymères diffère selon le domaine d'état choisi. Dans le cadre de ce travail c'est l'état vitreux qui sera considéré.

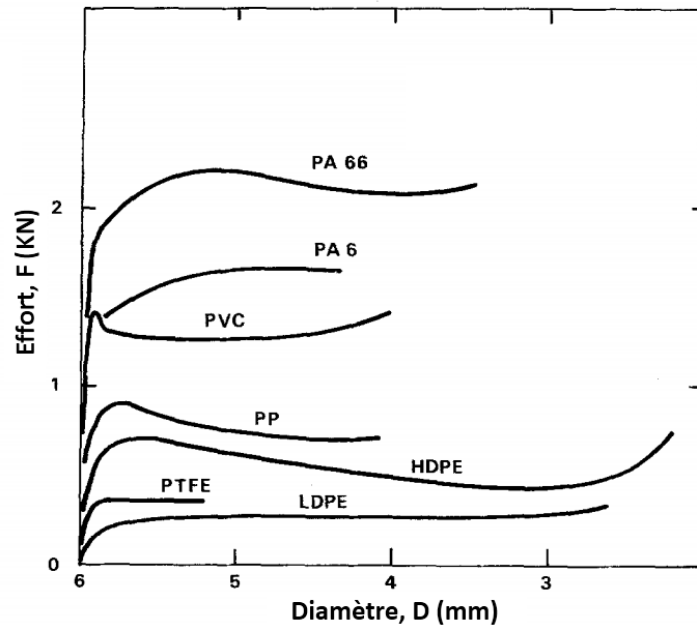


Figure 7: Courbe de l'effort en du diamètre de l'éprouvette sur des polymères (Polyamide 6,6 (PA66), Polyamide 6 (PA6), Polychlorure de Vinyle (PVC), Polypropylène (PP), Polyéthylène à haute densité (PEHD), Polytétrafluoroéthylène (PTFE), Polyéthylène à basse densité (LDPE)) à température ambiante [15].

L'état vitreux est obtenu après refroidissement des polymères. Dans cet état, les chaînes de macromolécules adoptent une certaine configuration comme nous l'avons évoqué dans la partie précédente et puisque la mobilité de chaque macromolécule lui est propre, le mécanisme de déformation de l'ensemble dépendra alors fortement de la structure du polymère, amorphe ou semi-cristallin. Toutefois, la réponse macroscopique des polymères thermoplastiques à l'état vitreux, vis-à-vis d'une sollicitation mécanique, est tout à fait semblable pour les cas amorphes et semi-cristallins: déformation viscoélastique suivie d'un durcissement structurale (Figure 7).

Pour des faibles niveaux de déformation, le polymère adopte un comportement visco-élastique qui est la somme d'une composante élastique instantanée liée à la distorsion des liaisons de Van-der-Waals et d'une composante retardée due à la relaxation de certaines conformations à haute énergie sous l'effet de réarrangements diffusionnels [5, 16, 17]. Pour des contraintes élevées, les liaisons ne tiennent plus et la déformation devient irréversible (figure 8).

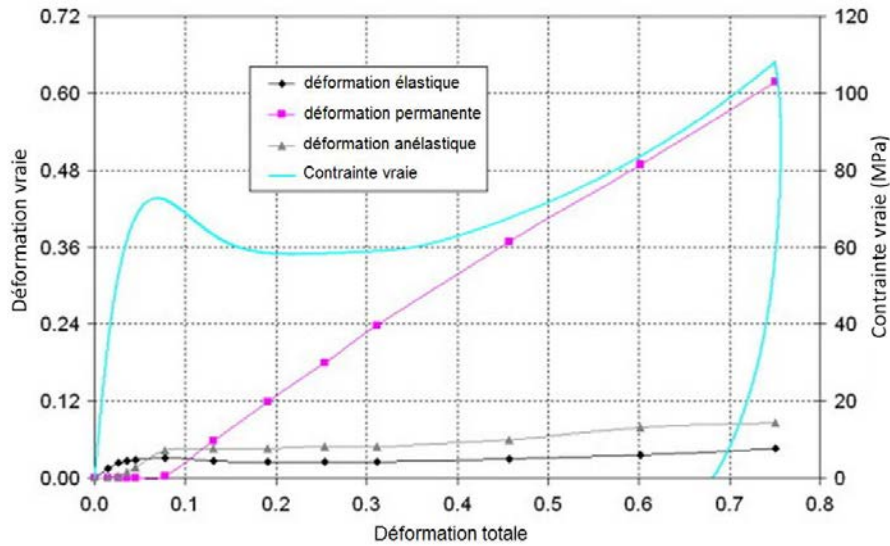


Figure 8: Composante de déformation dans un polymère à l'état vitreux, notamment dans un échantillon de polycarbonate sollicité en compression [18]

La plasticité se produit par cisaillement [19-22], un petit segment de macromolécule entouré par ses proches voisins subit un basculement qui accommode localement le cisaillement macroscopique [5]. Ainsi, c'est dans la partie anélastique que se trouve la différence entre mécanisme de déformation des polymères amorphes et semi-cristallins.

3.1 Particularités des thermoplastiques amorphes

Si le mécanisme de déformation élastique semble être commun pour les polymères amorphes et les polymères semi-cristallins, celui des déformations anélastiques et plastiques sont complètement différents à cause de la grande différence au niveau de leurs microstructures.

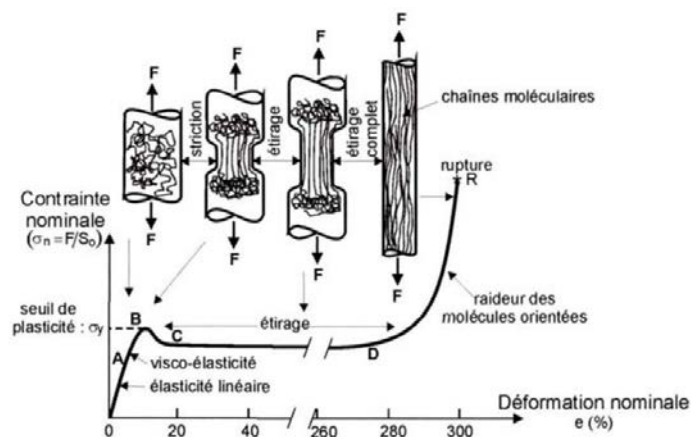


Figure 9: Représentation schématique du réarrangement moléculaire et mécanisme de déformation dans un polymère amorphe [23]

Quinson et al. [21] ont mis en évidence l'existence d'une déformation anélastique et plastique au cours d'un essai de compression à température ambiante sur trois polymères : le Polycarbonate (PC), du Polyméthylméthacrylate (PMMA) et du Polystyrène (PS).

3.1.1 Déformation anélastique

La composante anélastique est recouvrable au bout d'un certain temps. Des études ont aussi montré que cette déformation est aussi liée à l'énergie de déformation du matériau [24-27]. Elle dépend du type de polymère (Figure 9-a) et de la température (Figure 9-b).

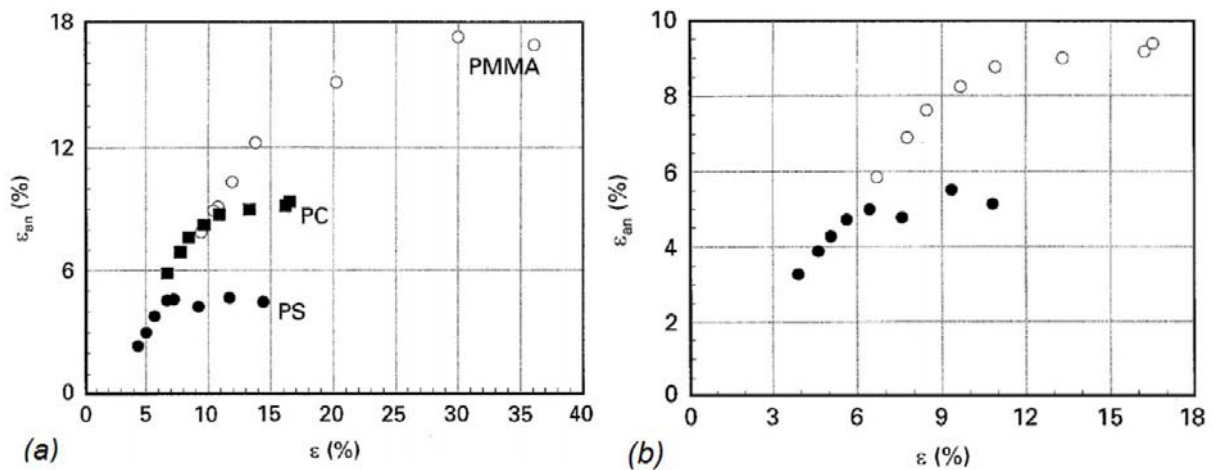


Figure 10: Courbe montrant la variation de la déformation inélastique lors d'un essai de compression: (a) pour le PC, le PMMA et le PS à température ambiante ($T = 20^\circ\text{C}$), (b) pour le PC à $T_1 = 20^\circ\text{C}$ (\circ) et $T_2 = 90^\circ\text{C}$ (\bullet) [21]

Cette composante anélastique est associée à une forte mobilité des chaînes macromoléculaires, phénomène qui a été montré par G'sell et al. [20]. Comme la mobilité des chaînes dépend du volume libre dans la matière, la composante anélastique dépendra alors aussi de la densification du polymère [28]. Selon Struik [29], l'adoucissement au niveau de la courbe contrainte déformation vraie (voir la Figure 8 pour le Polycarbonate) est la signature macroscopique de l'existence de ces volumes libres dans le matériau. La Figure 10 illustre cette dépendance. Plus le matériau vieillit, plus il tend vers un état figé et plus le crochet est prononcé (Figure 10-a). La forme de ce crochet dépend aussi de la vitesse de refroidissement du polymère (Figure 10-b).

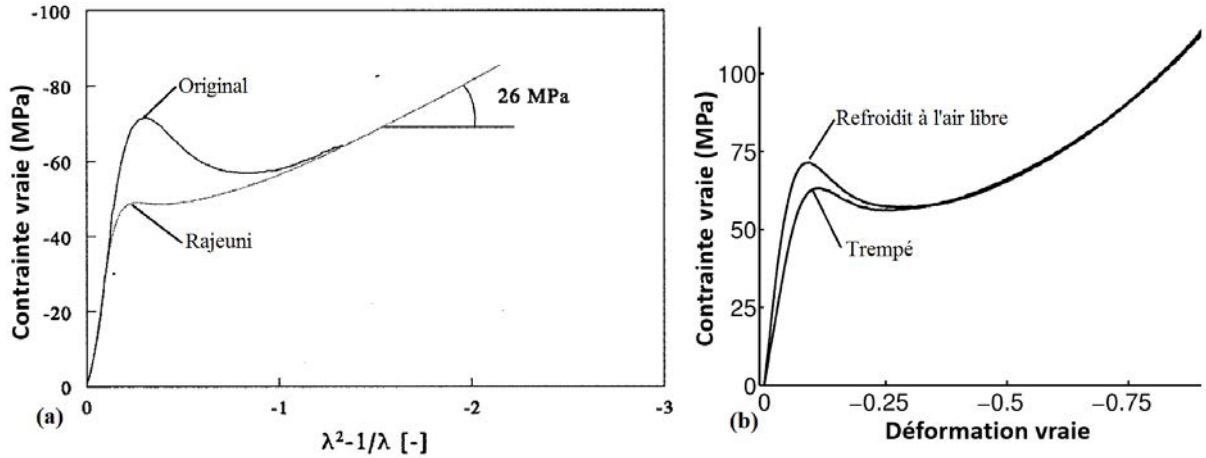


Figure 11: Influence des volumes vides sur le comportement macroscopique par compression du Polycarbonate : (a) mise en évidence de la dépendance au vieillissement du volume vide [30] – (b) mise en évidence de la dépendance à la vitesse de refroidissement du volume vide [31].

3.1.2 Déformation plastique

De nombreux scénarios ont été avancés pour interpréter le mécanisme de déformation plastique des polymères amorphes à l'état solide [27, 32-38]. Cette composante est toujours présente quelle que soit la température de l'essai ($T_{essai} < T_g$ ou $T_{essai} > T_g$), cependant elle disparaît après un traitement thermique à une température au-dessus de T_g [24, 26]. La déformation plastique est due à la réorientation des chaînes de macromolécules et non à la variation de volume [39].

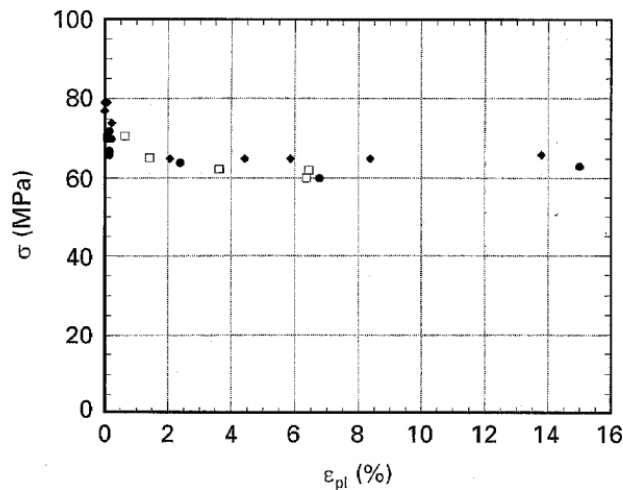


Figure 12: Contrainte vraie en fonction de la déformation plastique montrant l'influence de l'état microstructural de l'échantillon. Trois états microstructuraux sont considérés, états obtenus après traitement thermique en utilisant trois vitesses de refroidissement différentes [21].

Il a été montré par Quinson et al. [21] que la déformation plastique est indépendante de l'état microstructural du matériau contrairement à la déformation anélastique (Figure 12). Selon Arruda et al. [40], cette composante est due à l'orientation des chaînes de macromolécules et elle est différente selon la direction de sollicitation.

3.2 Particularités des thermoplastiques semi-cristallins

Pour mieux appréhender le mécanisme de déformation des polymères semi-cristallins, des études ont été effectuées à l'échelle du sphérolite. En 1965, Hay et al. [41] ont étudié la déformation en traction simple uniaxiale des sphérolites du polyéthylène à basse densité en microscopie optique à lumière polarisée. Ils ont conclu qu'au cours de la déformation, on assiste à une forte localisation de la déformation dans la zone équatoriale (zone perpendiculaire à l'axe de traction) et dans les diagonales du sphérolite, par contre dans la zone polaire (zone suivant l'axe de traction) les déformations sont presque absentes. Ils ont alors mis en évidence l'influence de l'orientation des lamelles sur l'activation des mécanismes locaux. Plus tard, Weynant [42] a effectué une étude similaire sur le poly (1-butène).

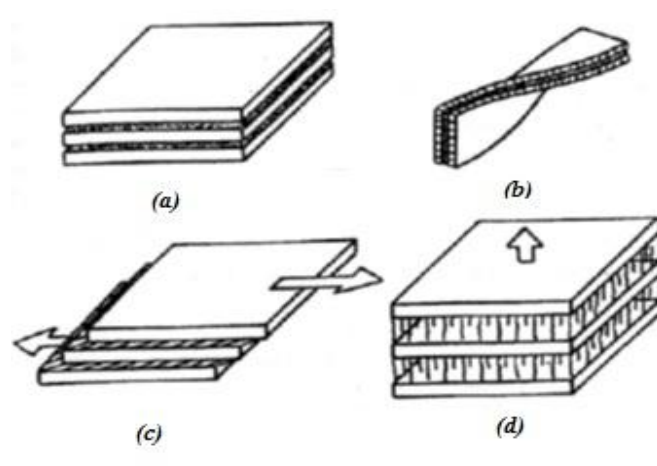


Figure 13 : Mécanisme de déformation des lamelles de cristallites: (a)- Etat non déformé, (b)- Cas de lamelles torsadées, (c)- Glissement interlamellaire et (d)- Séparation interlamellaire [43]

Il a constaté que la localisation s'amorce au niveau du cœur du sphérolite pour s'étendre aux zones équatoriales puis aux zones diagonales. Il a interprété ses observations par l'explication suivante :

- Dans les zones équatoriales : une forte localisation de la déformation dans les zones équatoriales par séparation interlamellaire et la flexion des lamelles, sous l'action des molécules liantes étirées, qui provoque un glissement cristallin ;

- Dans les zones diagonales : la déformation s'amorce depuis les zones équatoriales suivi d'un glissement interlamellaire ;
- Dans les zones polaires : une fragmentation des lamelles pour accommoder la déformation.

3.3 Relation entre mécanisme de déformation microscopique et comportement mécanique macroscopique

Tout ce qui a été évoqué dans les sous-paragraphe précédents concerne les mécanismes microscopiques qui engendrent la déformation. L'assemblage de tous ces mécanismes montre la complexité du comportement des polymères vitreux à l'échelle macroscopique et la compréhension du lien entre phénomène microstructural et comportement macroscopique est une étape cruciale pour donner un sens physique à la modélisation du comportement du matériau. A défaut d'équipement sophistiqué pour une analyse microstructurale rigoureuse, le comportement mécanique macroscopique des polymères se lit à travers la courbe de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie. Les différents points particuliers de la courbe, tels que l'adoucissement et le durcissement sont des signatures macroscopiques des mécanismes de déformation au niveau de la microstructure.

Pour les polymères amorphes, il a été montré [44-46] que l'adoucissement de contrainte est fortement lié à la quantité de volume libre dans la matière et le durcissement structural dépend fortement de la direction de la sollicitation.

Pour ce qui est des polymères semi-cristallins, le mécanisme de déformation à l'échelle microstructurale est beaucoup plus compliqué et par conséquent il en est de même pour établir un lien entre événement microstructural et réponse macroscopique du matériau. Néanmoins, quelques travaux [47, 48] ont proposé un scénario reliant déformation macroscopique et déformation microstructurale. Ces travaux ont permis de conclure que la transformation microstructurale est contrôlée par la déformation. Avant environ 2.5 % de déformation, le matériau se comporte comme un matériau pseudo-Hookien. Le processus de déformation est alors réversible et exothermique. Aux alentours de ce taux de déformation débutent les glissements inter lamellaires associés à la déformation de la partie amorphe qui se déforme plus rapidement que la partie cristalline. Au-delà de 2.5%, la déformation résiduelle apparaît et le processus devient fortement exothermique. C'est à partir de 60% de déformation qu'on assiste à une destruction partielle de la structure cristalline qui correspond au durcissement visible sur la courbe de la contrainte en fonction de la déformation.

4 Modélisation du comportement des polymères solides

4.1 Cadre général de la modélisation de la loi de comportement macroscopique

Dans cette partie seront présentées les différentes approches de la modélisation du comportement mécanique des polymères à l'état vitreux. En parlant de modélisation, il existe plusieurs écoles de pensées en fonction de l'échelle d'observation, ce qui nous amène à définir dans un premier temps les différentes échelles d'observation (Figure 14).

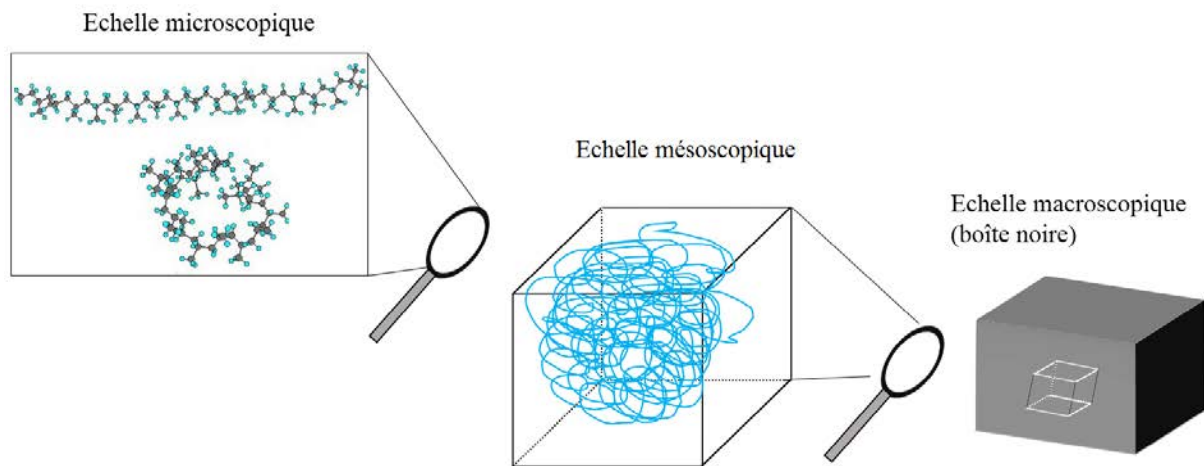


Figure 14: Représentation schématisée des différentes échelles d'observation en vue de modéliser le comportement mécanique du matériau

- (i) L'échelle microscopique qui correspond à l'échelle des macromolécules. C'est à cette échelle qu'est établie la formulation des lois microscopiques. Généralement, la modélisation microscopique se base sur l'observation fine des phénomènes microscopiques tels que la mobilité des chaînes de macromolécules, déformation au niveau des sphérolites, etc...
- (ii) L'échelle mésoscopique qui correspond au volume élémentaire représentatif (VER). A cette échelle, les équations aux dérivées partielles de la mécanique des milieux continus sont valables. La formulation de la loi de comportement sera alors basée sur des lois thermodynamiques où l'état de la matière est décrit par des variables identifiées à partir des essais macroscopiques. Cette approche est appelée modélisation phénoménologique et inductive.

- (iii) L'échelle macroscopique qui correspond à l'échelle de la structure mécanique définie par un ensemble de VER. A cette échelle le matériau est considéré comme une boîte noire et l'on s'intéresse à sa réponse globale.

Dans le cadre de ce travail, nous allons nous focaliser sur les modèles de comportement à l'échelle du VER dont la formulation est basée sur une approche thermodynamique. A titre d'information, il existe d'autres approches dérivées de cette approche thermodynamiques, comme le modèle multi-mécanisme [14, 49] et le modèle DNLR (Dynamic Non-Linear Relaxation) [50] qui ont été proposés pour modéliser le comportement mécanique à l'échelle macroscopique des polymères et que nous allons présenter dans les paragraphes suivants.

L'approche phénoménologique débute par l'observation expérimentale du matériau à modéliser. Puis on suppose que l'état thermodynamique en un point du matériau (VER) ne dépend que de ce point, c'est l'hypothèse de l'état local. Le système est alors considéré comme étant en équilibre thermodynamique mais son évolution est décrite comme une succession d'état d'équilibre. Les phénomènes physiques intervenant dans la matière sont décrits en ce point local par des variables thermodynamiques appelées variables d'état. Ces variables d'état peuvent être classées en deux groupes: les variables observables tels que la déformation, la température qui sont des variables dont les valeurs sont soit mesurables directement soit accessibles au cours des essais ; et les variables internes V_k qui décrivent en général les phénomènes dissipatifs comme l'écrouissage ou le mécanisme de réorganisation moléculaire. Ces variables d'état ne dépendent que de l'état d'équilibre où se trouve le système, c'est-à-dire, indépendamment du chemin de transformation que le système a subi et la relation entre ces variables d'état et leurs variations constitue alors la loi de comportement du matériau.

L'évolution du système est décrite localement par un potentiel thermodynamique en fonction de ces variables d'état. En général, c'est le potentiel « énergie libre volumique de Helmholtz » $\psi(\tilde{\varepsilon}_e, T, V_k)$ qui est utilisé pour décrire les processus réversibles [51].

$$\dot{\psi} = \frac{\partial \psi}{\partial \tilde{\varepsilon}_e} : \dot{\tilde{\varepsilon}}_e + \frac{\partial \psi}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \psi}{\partial V_k} \dot{V}_k \quad (1.1)$$

Où ρ , la masse volumique et $\tilde{\varepsilon}_e$, le tenseur de déformation élastique.

Pour les processus irréversibles, les phénomènes physiques qui opèrent dans la matière sont décrits par le potentiel de dissipation ϕ . En supposant que ce potentiel soit exprimé dans

l'espace des forces thermodynamiques en fonction des variables internes, la loi de normalité dissipative s'écrit :

$$d\tilde{\varepsilon}_p = d\lambda' \frac{\partial \varphi}{\partial \tilde{\sigma}} \quad (1.2a)$$

$$dV_k = -d\lambda' \frac{\partial \varphi}{\partial A_k} \quad (1.2b)$$

Où $A_k = \rho \frac{\partial \psi}{\partial V_k}$ représente les forces thermodynamiques associées aux variables internes V_k

et λ' représente le multiplicateur plastique pour éviter toute confusion avec le coefficient de Lamé.

En restant dans le cadre des petites déformations, c'est-à-dire $\tilde{\varepsilon} = \tilde{\varepsilon}_e + \tilde{\varepsilon}_p$, et en utilisant le premier principe et le second principe de la thermodynamique, l'inégalité de Clausius-Duhem est décrite par :

$$\left(\tilde{\sigma} : \rho \frac{\partial \psi}{\partial \tilde{\varepsilon}_e} \right) : \tilde{\varepsilon}_e + \tilde{\sigma} : \tilde{\varepsilon}_p - \rho \left(s + \frac{\partial \psi}{\partial T} \right) \dot{T} - \rho A_k \dot{V}_k - \frac{q}{T} \overrightarrow{\text{grad}} T \geq 0 \quad (1.3)$$

Où $\tilde{\sigma}$ est le tenseur des contraintes, $\tilde{\varepsilon}_e$, le tenseur de déformation élastique, $\tilde{\varepsilon}_p$, le tenseur de déformation plastique, s , l'entropie du système, q , le flux de chaleur et T , la température. Cette inégalité doit toujours être vérifiée pour tous types d'évolution.

Ainsi, la connaissance de ce potentiel thermodynamique permet d'établir une relation entre les variables d'état $(\tilde{\varepsilon}, T, V_k)$ et leurs variables associées $(\tilde{\sigma}, s, A_k)$ à l'instant donné. Pour décrire l'évolution de ces variables au cours d'une transformation, il faut une loi complémentaire qui est la loi de comportement du matériau.

4.2 Loi de comportement des polymères solides

D'après les observations expérimentales, les polymères solides ont un comportement viscoélastique-viscoplastique. Néanmoins, la plupart des auteurs qui ont travaillé sur la modélisation des lois de comportement des polymères ont essayé d'approximer le comportement par un comportement elasto-viscoplastique. Nous détaillons ci-après les deux types de comportement.

4.2.1 Comportement élasto-viscoplastique

Le comportement élasto-viscoplastique est caractérisé par une sensibilité des paramètres de charge à la vitesse de sollicitation dans le domaine élasto-plastique qui est un domaine au-delà duquel le matériau subit une déformation irréversible. A l'intérieur de ce domaine, le comportement est élastique et en utilisant l'énergie libre élastique on peut établir une relation entre la contrainte et la déformation élastique :

$$\psi_e = \frac{1}{2\rho} \tilde{\varepsilon}_e : \tilde{C} : \tilde{\varepsilon}_e \quad (1.4a)$$

Et,

$$\tilde{\sigma} = \rho \frac{\partial \psi_e}{\partial \tilde{\varepsilon}_e} \quad (1.4b)$$

Où $\tilde{\varepsilon}_e$ et \tilde{C} sont respectivement le tenseur de déformation élastique et le tenseur d'élasticité d'ordre 4. Dans le cas d'un matériau isotrope, l'équation 1.4b se réduit à :

$$\tilde{\sigma} = 2\mu \tilde{\varepsilon}_e + \lambda \text{tr}(\tilde{\varepsilon}_e) \tilde{I} \quad (1.5)$$

où $\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$ et $\lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}$ sont les coefficients de Lamé, E , le module d'élasticité, ν , le coefficient de poisson et \tilde{I} la matrice unitaire.

Le domaine élastique est limité par la surface de charge dont la forme est décrite par $f(\tilde{\sigma}, A_k) = 0$, avec A_k la force thermodynamique associée aux variables internes décrite précédemment et σ la contrainte équivalente définie suivant un critère de plasticité. Selon la théorie de la plasticité, deux variables internes sont utilisées pour décrire le domaine d'élasticité : une variable scalaire r qui décrit la taille de la surface de charge et une variable tensorielle $\tilde{\alpha}$ qui servira à décrire la position de la surface de charge. L'énergie libre anélastique est définie par :

$$\rho\psi_p = \tilde{\alpha} : \tilde{C} : \tilde{\alpha} + g(r) \quad (1.6)$$

Où $\tilde{X} = \tilde{C} : \tilde{\alpha}$ et $R = \frac{\partial g}{\partial r}$ sont les forces thermodynamiques associées aux variables internes.

D'après la loi de normalité (Equations 1.2a et 1.2b), si l'on considère que la direction de

l'écoulement viscoplastique est défini par le critère de plasticité f , l'incrément de déformation plastique est décrit par :

$$\dot{\varepsilon}_p = \left(\frac{\partial \Omega_p}{\partial f} \right) \left(\frac{\partial f}{\partial \tilde{\sigma}} \right) \quad (1.7)$$

La fonction Ω_p est appelée le potentiel d'écoulement. La connaissance de cette fonction et de la surface d'écoulement va donc suffir pour caractériser complètement l'écoulement en intensité et en direction.

La première formulation applicable sur les polymères est le modèle proposé par Eyring [52]. Le modèle de Eyring, basé sur la théorie de l'activation thermique, a été dédié à la description de la viscosité et de la thermo-plasticité des polymères. Il décrit que les molécules sont capables de franchir les « barrières » résultant de leur interaction. Le mouvement des molécules suppose l'acquisition d'énergie nécessaire au franchissement de ces obstacles. Ainsi, la vitesse de déformation généralisée peut être écrite par :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp \left(- \frac{G_0 - V_a \sigma}{k_B T} \right) \quad (1.8)$$

Où $\dot{\varepsilon}_0$, est la vitesse de déformation généralisée de référence, G_0 , l'énergie libre, V_a , le volume d'activation, k_B , la constante de Boltzmann, $\sigma = \sqrt{\frac{3}{2} \tilde{s} : \tilde{s}}$, la contrainte équivalente définie au sens de Von Mises dont $\tilde{s} = \tilde{\sigma} - \frac{1}{3} \text{tr}(\tilde{\sigma}) \tilde{I}$ est le déviateur du tenseur des contraintes et T , la température. Ainsi, la variation de la contrainte équivalente de Von Mises, en fonction de la vitesse de déformation généralisée, est décrite par :

$$\frac{\sigma}{T} = \frac{k_B}{V_a} \left(\frac{G_0}{k_B T} - \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right) \quad (1.9)$$

Dans ce modèle le matériau est supposé isotrope.

Plus tard, le modèle BPA (Boyce, Parks and Argon) a été proposé. Argon [53] a proposé un modèle qui fait intervenir un défaut autre que la dislocation et stipule que la dynamique de l'activation plastique est contrôlée par des boucles de déclinaison. Les chaînes de macromolécules sont assimilées à des cylindres dans une matrice élastique. Lors de la déformation, le domaine correspondant à un segment de chaîne subit une paire de

déclinaisons similaires à une double distorsion de la molécule. Ces défauts engendrent une augmentation de l'énergie libre et la limite élastique en cisaillement est exprimée par :

$$\tau = \tilde{s}_r \left[1 + \frac{T}{A\tilde{s}} \ln \left(\frac{\dot{\gamma}^P}{\dot{\gamma}_0} \right) \right]^5 \quad (1.10)$$

Où \tilde{s}_r est un paramètre relatif à la résistance au cisaillement dont la valeur initiale est égale à $s_{r0} = \frac{0,077\mu_c}{1-\nu}$, A est un paramètre d'amortissement, $\dot{\gamma}_0$, un terme pré-exponentiel qui a la dimension d'une vitesse de déformation et T , la température. Le modèle d'Argon est un cas particulier du modèle de Eyring puisque la différence repose sur la dépendance de l'énergie d'activation au module de cisaillement. Ce modèle ne permet pas d'interpréter le crochet de contrainte en sollicitation uniaxiale. Cependant, le problème a été résolu par Boyce et al. [54] en exprimant le terme s_0 par une fonction de la pression hydrostatique :

$$\begin{cases} s_{r0} = s_r + \alpha P \\ \dot{s}_r = h \left(1 - \frac{s_r}{\sigma_{ss}(T, \dot{\gamma})} \right) \end{cases} \quad (1.11)$$

Où P est la pression hydrostatique, α , désigne la dépendance en pression, h , la pente de l'adoucissement et σ_{ss} , la valeur de saturation vers laquelle la contrainte va tendre au-delà du seuil de plasticité.

Dans le modèle BPA, la contrainte est décomposée en une partie liée à la rotation de chaîne \tilde{T}^* et une partie liée à l'alignement des chaînes B , en supposant que le gradient de déformation F est défini par :

$$F = F^e F^P \quad (1.12)$$

Le tenseur gradient de vitesse F est défini par :

$$L = \dot{F}F^{-1} = \dot{F}^e F^{e-1} + F^e L^P F^{e-1} \quad (1.13)$$

Où L^P est le tenseur de gradient de vitesse dans la configuration relaxée. La vitesse de déformation correspondante est donnée par :

$$D^P = \dot{\gamma}^P N \quad (1.14)$$

Où N est un vecteur unitaire qui est orthogonal à la surface représentative du deuxième invariant du tenseur de contrainte T^* . Finalement, la contrainte \tilde{T}^* est exprimée par :

$$\tilde{T}^* = \sigma - \frac{1}{J} F^e B F^{e^T} \quad (1.15)$$

Où $\sigma = \frac{1}{J} \tilde{C} : \tilde{\varepsilon}_e$ est la contrainte de Cauchy définie par la loi de Hooke et $J = \det F^e$ est le déterminant du gradient de transformation. Le modèle à 8 chaînes d'Arruda et al. donne l'expression de la contrainte B :

$$B_i = \frac{nk_B T \sqrt{N}}{3} \left[\ell^{-1} \left(\frac{V_i^P}{\sqrt{N}} \right) \frac{V_i^{P^2}}{V_C^P} + \ell^{-1} \left(\frac{1}{\sqrt{N}} \right) \right] \quad (1.16)$$

Où n est la densité de chaînes, k_B la constante de Boltzmann, N le nombre de liaisons de chaîne, les V_i^P sont les valeurs propres du tenseur de déformations plastiques, V_C^P est l'allongement plastique des chaînes et ℓ^{-1} est la fonction inverse de la fonction de Langevin définie par : $\ell(x) = \coth(x) - \frac{1}{x}$.

Le modèle BPA, qui utilise globalement 10 paramètres, a été utilisé dans les travaux de Cynthia et al. [18] pour simuler le comportement du Polycarbonate en compression simple (Figure 15).

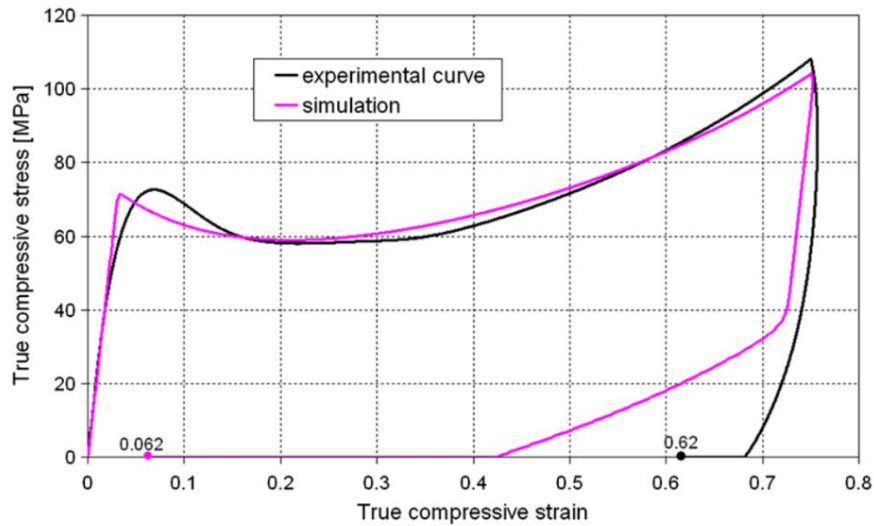


Figure 15: Comparaison d'une courbe contrainte-déformation obtenue à partir d'un essai de compression expérimental et la simulation numérique à partir du modèle BPA pour le cas d'un chargement monotone suivi d'une décharge [23]

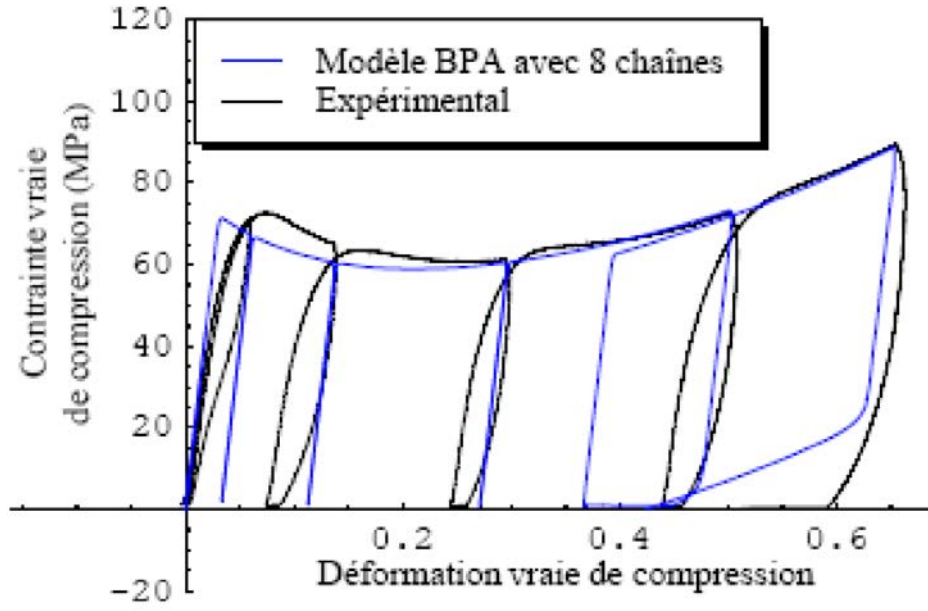


Figure 16: Comparaison d'une courbe contrainte-déformation obtenue à partir d'un essai de compression expérimental et la simulation à partir du modèle BPA pour le cas d'un essai cyclique avec un maintien [23]

Une autre approche, qui consiste à utiliser une formulation puissance, permet de décrire le potentiel d'écoulement et dans ce cas, le comportement est défini par la loi de Norton-Hoff:

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = K(\varepsilon) \sqrt{3} (\sqrt{3} \dot{\varepsilon})^m \exp\left(\frac{\beta}{T}\right) \quad (1.17)$$

Où σ est la contrainte équivalente de Von Mises, ε est la déformation généralisée,

$\dot{\varepsilon} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\tilde{\varepsilon}} : \dot{\tilde{\varepsilon}}}$ est la vitesse de déformation généralisée, m est le coefficient de sensibilité à la

vitesse de déformation et $\beta = \frac{mG_0}{k_B}$. La différence entre les lois établies sur ce même concept

se trouve au niveau de la forme de la fonction reliant la contrainte en fonction de la déformation.

La loi de G'sell [5] figure parmi les lois proposées pour modéliser le comportement des polymères solides, elle est décrite par l'équation suivante :

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = K(1 - \exp(-w\varepsilon))(1 + a \exp(-b\varepsilon)) \exp(h\varepsilon) \exp\left(\frac{\beta}{T}\right) \dot{\varepsilon}^m \quad (1.18)$$

Où K , représente la consistance, w , a , b et h sont les paramètres associés à la déformation et m est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation.

Cette loi a été utilisée dans de nombreux travaux pour modéliser le comportement mécanique macroscopique des polymères amorphes [55, 56] et semi-cristallins à l'état solide [5, 57-60] (Figure 17).

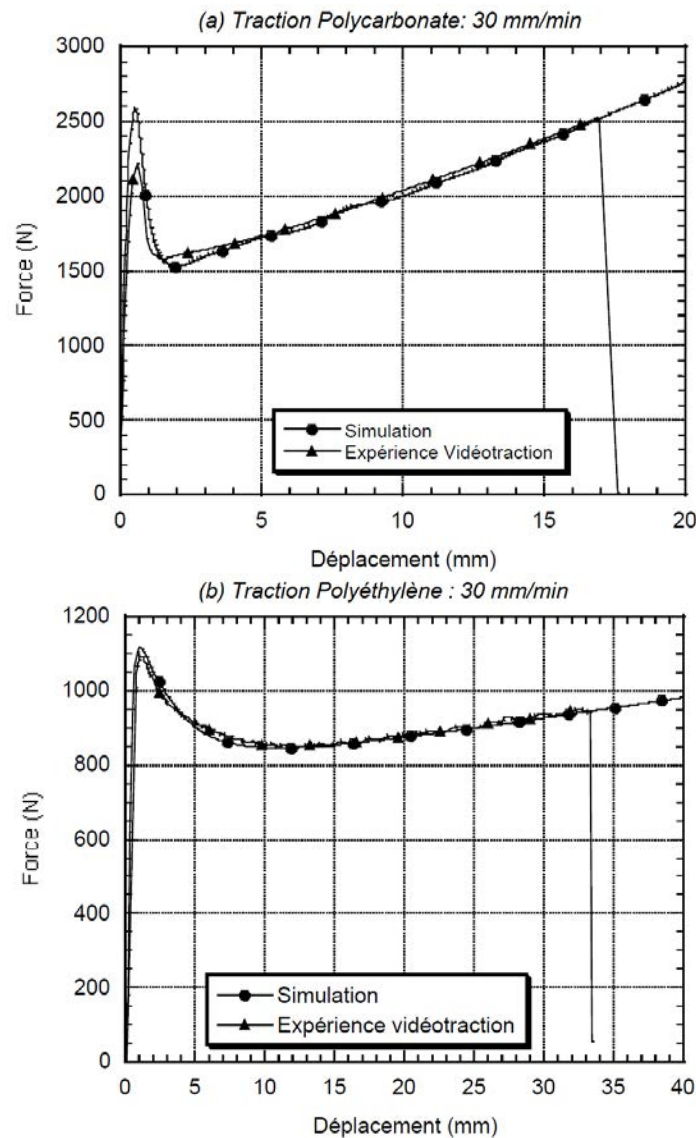


Figure 17: Comparaison de la force expérimentale et simulée à partir de la loi de G'sell [60]

4.2.2 Modèle DNLR (Distribution of Non Linear Relaxations)

L'approche DNLR, basée sur la thermodynamique des processus irréversibles, a été développée par Cuntat [61]. Elle est considérée comme une extension des concepts de De Donder qui stipule que les réorganisations internes des chaînes de macromolécules, qui ne sont pas forcément connues, sont considérées physiquement comme des réactions chimiques, créations ou suppressions des liaisons atomiques. De plus, l'état du système est toujours défini par l'énergie interne du volume élémentaire représentatif étant donné sa situation de

hors état d'équilibre local. Pour cela, De Donder avait utilisé un jeu de variables internes z^k qui représentent la variation irréversible de la microstructure du polymère. Les variables z^k ne sont pas des variables d'état et elles ne sont pas définies explicitement. Dans ce cas, la quantité de matière de chaque constituant i pendant la réaction chimique k est définie par :

$$n_i = n_i^0 + \sum_k v_i^k z^k \quad (1.19)$$

Où n_i^0 est la quantité de matière totale dans la microstructure à l'état initial et v_i^k est le coefficient stœchiométrique caractérisant les proportions des constituants i .

Ainsi, les relations de Gibbs et de Gibbs-Duhem qui ont été formulées pour le cas de systèmes en équilibre sont aussi valables même si l'équilibre interne est rompu :

$$\begin{cases} du = Tds + \tilde{\sigma} : d\tilde{\varepsilon} + \sum_i \mu_{P_i} dn_i \\ sdT + \tilde{\varepsilon} : d\tilde{\sigma} + \sum_i n_i d\mu_{P_i} = 0 \end{cases} \quad (1.20)$$

Où u est l'énergie interne du système, T , la température, s , l'entropie associée à l'énergie du système, μ_{P_i} , le potentiel chimique du constituant i et n_i , sa quantité de matière.

De Donder a aussi introduit une autre variable qui est l'affinité A_k qui représente la force thermodynamique associées aux variables internes z_k . Cette deuxième variable est définie par :

$$A^k = -\sum_i \mu_{P_i} v_i^k \quad (1.21)$$

Qui peut aussi être exprimée par :

$$A^k = -\frac{\partial u}{\partial z^k} \quad (1.22)$$

La relation (1.22) montre très bien que lorsque le système est en équilibre thermodynamique, l'affinité s'annule.

En combinant les relations (1.19) et (1.21), il en résulte que :

$$\sum_i \mu_{P_i} n_i = \sum_i \mu_i n_i^0 - \sum_k A^k z^k \quad (1.23)$$

Les relations entre les variables d'état du système et leur variation dans le temps sont traduites par les lois d'états. Afin d'introduire un formalisme complémentaire décrivant les processus

dissipatifs, notamment la variation des variables internes, il est généralement admis qu'il existe un pseudo-potentiel de dissipation qui respecte la seconde loi de la thermodynamique, en l'occurrence l'inégalité de Clausius Duhem. Une formulation matricielle de cette loi d'état a été proposée par Tisza :

$$\begin{pmatrix} \dot{T} \\ \dot{\sigma} \\ -\dot{A} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} a_{Ts}^u & a_{T\varepsilon}^u & b_{Tz} \\ a_{\sigma s}^u & a_{\sigma\varepsilon}^u & b_{\sigma z} \\ b_{As} & b_{A\varepsilon} & g_{Az} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \dot{s} \\ \dot{\varepsilon} \\ \dot{z} \end{pmatrix} \quad (1.24)$$

Où a_{Ts}^u introduit la chaleur spécifique du polymère, $a_{\sigma\varepsilon}^u$ est le module d'élasticité instantané, $a_{\sigma s}^u = a_{T\varepsilon}^u$ est le coefficient de couplage thermoélastique, g correspond à l'état de la microstructure décrite par les variables internes z et les composantes b traduisent les couplages entre les variables internes et les variables d'état.

Si l'on considère la partition entre les variables internes contrôlables et les variables internes non contrôlables, la relation (1.24) peut s'écrire d'une autre manière :

$$\begin{pmatrix} \dot{\vec{\beta}} \\ -\dot{A} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \tilde{a}^u & \bar{b} \\ \bar{b}^T & g \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \dot{\vec{\gamma}} \\ \dot{z} \end{pmatrix} \quad (1.25)$$

Où le vecteur $\dot{\vec{\beta}}$ représente les réponses du système qui sont des observables mesurés expérimentalement, \dot{A} représente les réponses cachées qui s'annulent à l'état relaxé et à l'état d'équilibre.

Dans le formalisme DNLR, les lois d'états sont aussi décomposées en une contribution instantanée distinguée par l'exposant u et une contribution retardée qui est distinguée par l'exposant d :

$$\dot{\vec{\beta}} = \dot{\vec{\beta}}^u + \dot{\vec{\beta}}^d \quad (1.26)$$

Où $\dot{\vec{\beta}}^u = a^u \dot{\vec{\gamma}}$ et $\dot{\vec{\beta}}^d = -\sum_{j=1}^N \left(\frac{\beta_i - \beta_j^r}{\tau_j^\beta} \right)$. Avec a^u le module d'élasticité instantané associé à la

composante instantanée. Pour ce qui est de la composante retardée, elle décrit la variation de N mécanismes dissipatifs ayant leur propre cinétique. Cette relation a été obtenue par approche modale. Les modes dissipatifs j sont décrits par un modèle cinétique du premier ordre sur les variables contrôlables β géré par un temps caractéristique propre τ_j . Ainsi, la réorganisation d'un ensemble de macromolécules est vue comme une phase transitoire entre

un état initial et un état d'équilibre final β' qui correspondent à deux valeurs minimum de l'énergie (Figure 17).

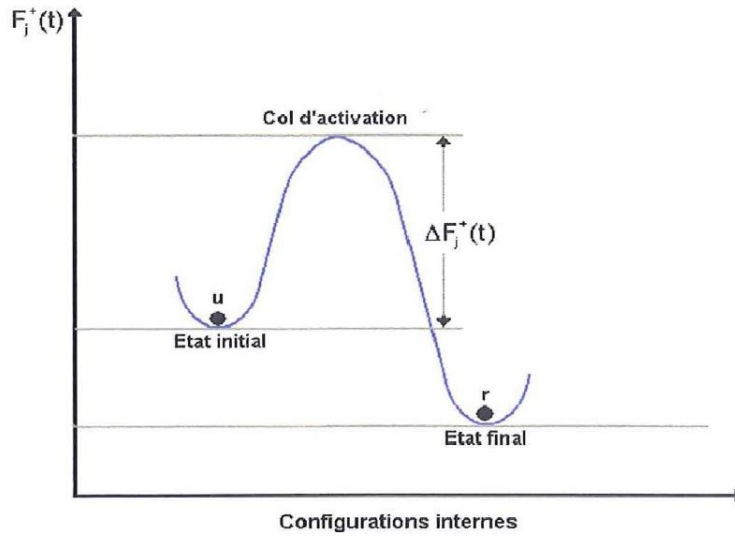


Figure 18: Représentation schématique de la barrière d'activation et les seuils d'énergie correspondant à l'état d'équilibre initial et final. F_j désigne la fréquence de phonon de Debye ou la translation de Guggenheim [62]

Dans le cas d'une sollicitation purement mécanique, la loi de comportement du modèle DNLR est définie par :

$$\dot{\sigma} = \dot{\sigma}^u + \dot{\sigma}^d = \sum_{j=1}^N \left(p_0^j a^u \dot{\varepsilon} - \frac{\sigma_j - \sigma_{j,r}}{\tau_j} \right) \quad (1.27)$$

Où $E_j^u = p_0^j a^u$ représente le module d'élasticité instantané modal, p_0^j , la responsabilité propre au mode de relaxation j et $\sigma_{j,r} = p_0^j \sigma^r$, où σ^r est la contrainte relaxée associée au régime stable.

Le temps de relaxation est déterminé en faisant intervenir un spectre de relaxation qui varie entre le temps de relaxation du processus le plus rapide τ_{\min} et le temps de relaxation du processus le plus lent τ_{\max} .

$$\frac{\tau_{\max}}{\tau_{\min}} = 10^d \quad (1.28)$$

Où d est la largeur du spectre de relaxation. Donc finalement le temps de relaxation est décrit par :

$$\tau_j = \tau_{\max} 10^{-\left(\frac{N-j}{N-1}\right)d} \quad (1.29)$$

Ce modèle a été utilisé par Arnaud et al. [12] pour modéliser le comportement mécanique d'un PEHD sollicité en traction simple suivie d'une relaxation de contrainte comme indiqué sur la figure 19.

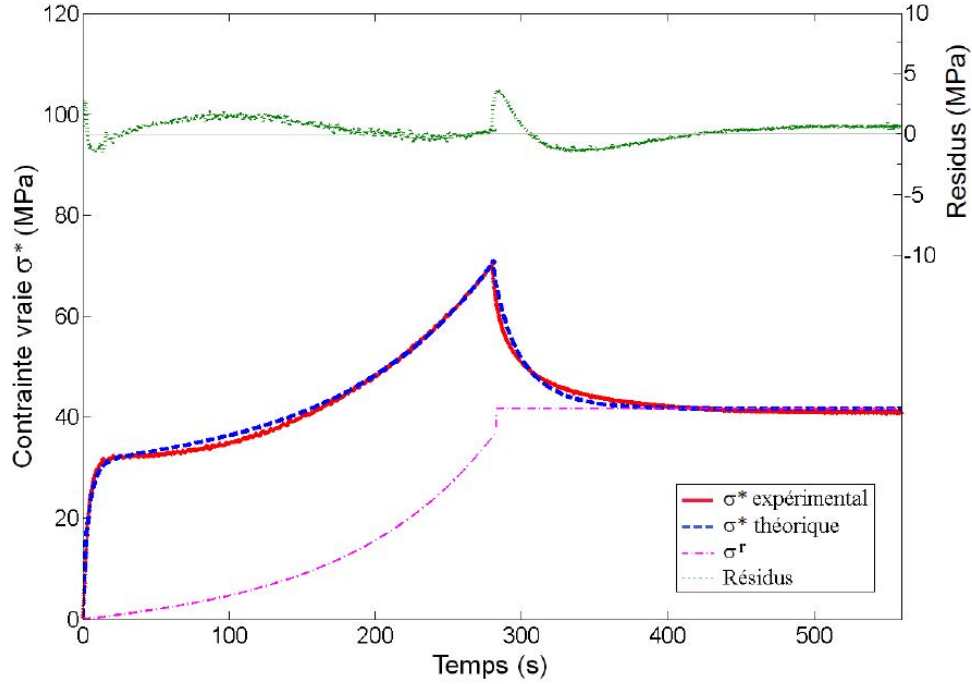


Figure 19: Comparaison entre la courbe contrainte déformation obtenue expérimentalement et celle obtenue par le modèle DNLR [12]

4.2.3 Comportement viscoélastique-viscoplastique

Anand et al. [32] ont proposé une loi de comportement viscoélastique-viscoplastique basée sur le model rhéologique de Kelvin-Voigt écrit sous forme tensorielle pour le cas 3D. Le modèle constitutive du comportement mécanique est basé sur le modèle rhéologique de Haward et Thackray [63]. Ces derniers ont proposé d'utiliser un ressort linéaire pour représenter l'interaction intermoléculaire, un amortisseur non-linéaire pour modéliser la dépendance à la vitesse et ressort non-linéaire de Langevin pour représenter le durcissement structural dû à l'étirement des chaînes de macromolécules. Ce modèle, étendu en 3 dimensions, modélise très bien le comportement élasto-viscoplastique des polymères solides ; cependant, il ne permet pas de prendre en compte le comportement viscoélastique non-linéaire que présente les polymères solides à un niveau de déformation se situant aux alentours de 30%. C'est sur cette motivation que ce modèle a été développé. La représentation rhéologique à une dimension du modèle est présentée dans la figure 20.

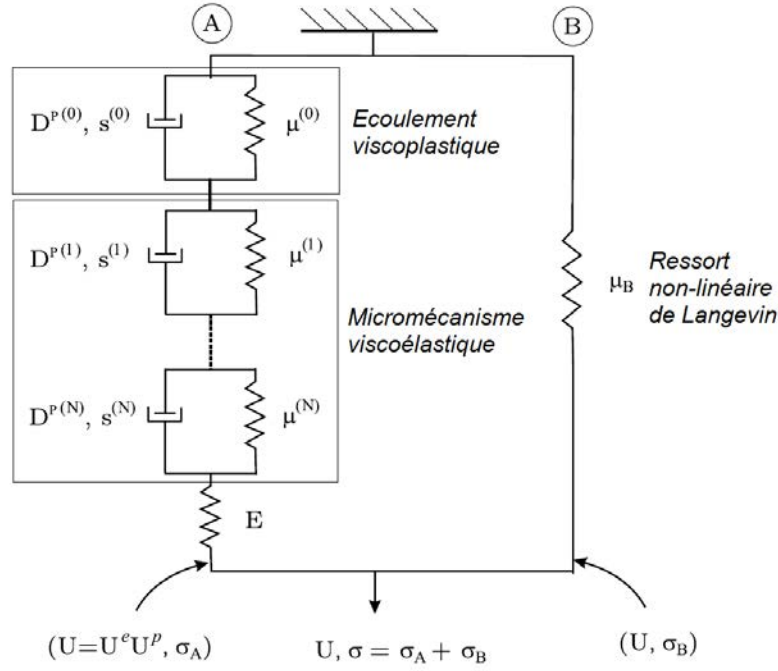


Figure 20: Représentation schématique du modèle constitutive proposé par Anand et al. [64]

Le modèle est composé de deux branches en parallèle dont la première à gauche est composée d'une succession de $(N+1)$ modèle de Kelvin-Voigt et d'un ressort non linéaire représentatif du micro-mécanisme de déformation anélastique, la deuxième branche est un ressort de Langevin non-linéaire. Comme nous l'avons évoqué, la modélisation du comportement des matériaux par l'approche thermodynamique a recours à l'utilisation des variables d'état qui définissent l'équilibre local du système. Trois variables d'état sont utilisées pour ce modèle, à savoir :

- (i) une liste de $(N+1)$ scalaires $\mathbf{s} = (s^{(0)}, s^{(1)}, \dots, s^{(N)})$ qui représentent la viscoélasticité non-linéaire,
- (ii) une autre liste de $(N+1)$ scalaires $\mathbf{A} = (A^{(0)}, A^{(1)}, \dots, A^{(N)})$ représentant la résistance moléculaire à l'écoulement plastique associé à chaque micro-mécanisme anélastique,
- (iii) une variable scalaire φ représentant le volume libre local relatif au vieillissement physique du polymère.

Dans leur modèle, Anand et al. considèrent que l'énergie libre dépend des variables d'état internes, dépendance qui conduit directement à la contrainte interne s'opposant à la déformation appelée « back-stress » ou contrainte de résistance σ_{back} . Cette dernière permet de

modéliser un « effet Bauschinger » observé lors du déchargement après une déformation anélastique.

Ainsi, cette loi permet de très bien modéliser la courbe de chargement d'un essai de compression et de micro-indentation du PMMA. Cependant, malgré l'utilisation de 18 paramètres rhéologiques, la courbe de déchargement n'est toujours pas très bien reproduite (Figure 19). De plus, cette loi a été développée à température ambiante et pour une faible gamme de vitesses de déformation.

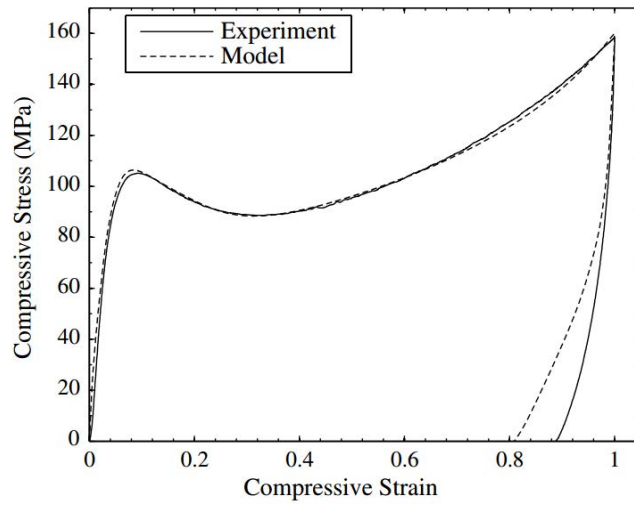


Figure 21: Comparaison des courbes de contrainte-déformation obtenues à partir du dépouillement analytique d'un essai de compression à température ambiante et de la simulation numérique du modèle proposé par Anand et al. [64]

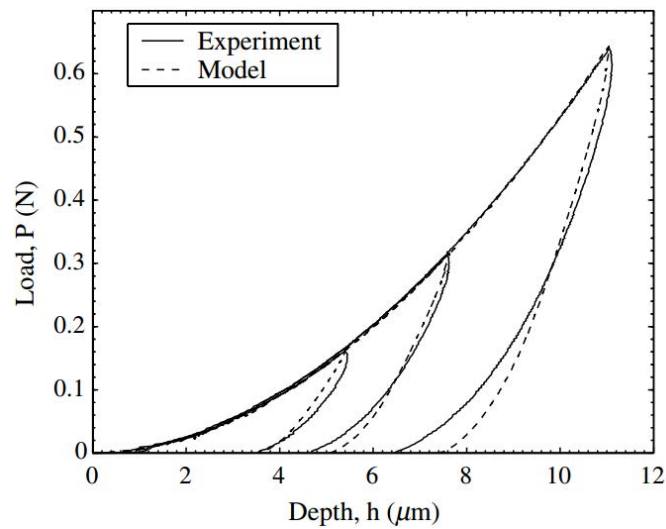


Figure 22: Comparaison des courbes force-déplacement en micro-indentation expérimentale à température ambiante et de la simulation numérique du modèle proposé par Anand et al. [64]

4.2.4 Synthèse sur la modélisation de la loi de comportement des polymères solides

Comme évoqué précédemment, le polymère solide a un comportement viscoélastique-viscoplastique. L'approche du comportement par une loi élasto-viscoplastique permet de réduire le nombre de paramètres utilisés lors de la simulation.

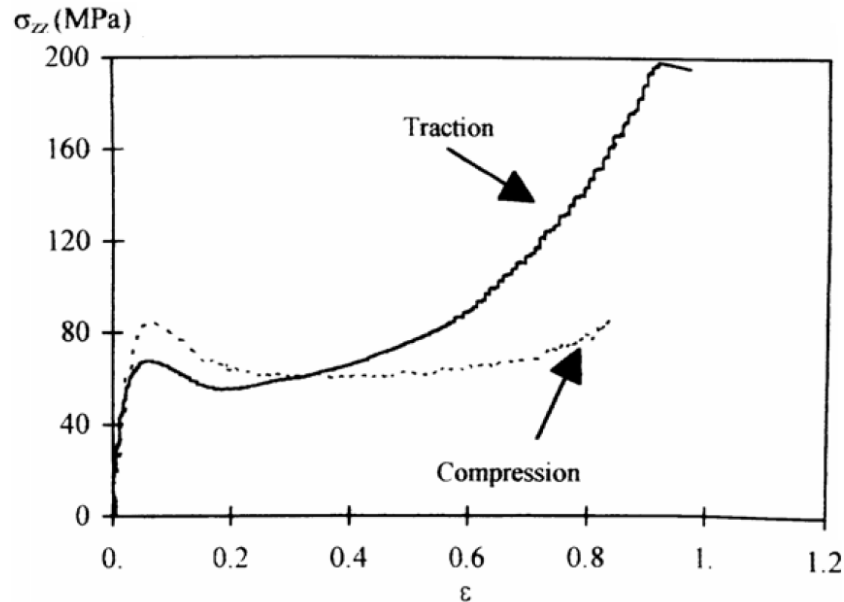


Figure 23: Comparaison de la courbe contrainte-déformation obtenue par un essai de traction et de compression mettant en évidence l'influence de la pression hydrostatique [56]

En ce qui concerne le choix du critère de plasticité, de nombreuses études [56, 65-67] ont souligné le fait que le polymère est sensible à la pression hydrostatique surtout pour les grandes déformations (Figure 23). Cependant, Quinson [68] avait validé que, sur le PC, le PMMA et le PS sollicités en traction et compression uniaxiales, bipoinçonnement et cisaillement simple, l'utilisation d'un critère de Von Mises « modifié en pression » est plus adapté et plus facile à utiliser.

5 Essai de caractérisation mécanique macroscopique des polymères solides

La simulation numérique, très utile actuellement pour le calcul de structure n'est qu'un « canoë dans un tsunami » sans les essais de caractérisation mécanique qui permettent de déterminer les paramètres de la loi de comportement. Les essais mécaniques classiques sont souvent basés sur des principes similaires qui consistent à appliquer une sollicitation dans une direction (traction, compression, cisaillement), cependant ils se différencient par leur mode de chargement.

En première ligne il y a les chargements monotones. Les essais monotones permettent de déterminer le comportement du matériau à différents taux de déformation pouvant aller en grande déformation, dans différentes conditions de température et gammes de vitesses de déformation. Seule la détermination du module d'élasticité et du coefficient de Poisson des polymères par traction est normalisée. Elle est régie par la norme internationale ISO 527-1 et ASTM D 638 et consiste à trouver le coefficient directeur de la partie initiale de la courbe contrainte-déformation nominale. Pour les calculs de structures plus rigoureux (dimensionnement avec la prise en compte de la déformation plastique dans les zones où il y a une concentration de contrainte), il revient alors à l'utilisateur de choisir l'essai de caractérisation convenable et de déterminer raisonnablement les paramètres rhéologiques du modèle de comportement choisi. L'essai de fluage aussi peut être classé dans cette catégorie.

Outre les essais monotones, il existe d'autres types d'essais utilisés pour identifier les propriétés élastiques et viscoélastiques des polymères solides. Il y a l'essai d'indentation que nous allons développer d'avantage dans le chapitre 3. Cet essai peut être utilisé pour déterminer le module d'élasticité et la dureté des polymères solides. La détermination des propriétés viscoélastiques des polymères s'effectue cependant à l'aide de l'analyse mécanique dynamique (AMD) [69]. L'AMD consiste à effectuer une analyse thermomécanique du polymère en petite déformation. Les moyens d'essai utilisés sont les essais classiques tels que la traction-compression, la flexion et la torsion, sauf que les sollicitations sont appliquées sous un mode harmonique. Les propriétés viscoélastiques du matériau, tel que le module élastique et le module de perte sont alors déterminés à partir de la réponse fréquentielle du système. L'AMD peut aussi être utilisée pour la détermination de la température de transition vitreuse des polymères.

6 Quelques applications industrielles pour les polymères thermoplastiques

Les polymères thermoplastiques sont fortement utilisés non seulement en raison de leurs performances physiques et mécaniques mais aussi pour l'avantage d'être recyclables un bon nombre de fois.

Le polycarbonate (PC) par exemple est utilisé dans de nombreux domaines [70] car en plus des qualités citées précédemment, le PC est transparent et résistant au choc. Parmi les thermoplastiques se trouvant sur le marché, il fait partie de ceux qui résistent à la température (environ 125 °C) donc il a un potentiel dans le domaine du médical par exemple pour sa

capacité à pouvoir être stérilisé. Le PC a aussi un rôle majeur dans tout ce qui est vitrage (parebrise, verrières d'avion, casques, vitrerie dans le bâtiment, etc...).

Le polyéthylène est utilisé dans tout ce qui est films minces, sacs et sachets. Il est aussi utilisé pour le câblage et la tuyauterie [71]. Les polymères sont aussi très utilisés comme matrices pour les matériaux composites. Ainsi, le domaine d'application de ces matériaux est tellement vaste que la demande mondiale ne cesse d'augmenter (figure 24).

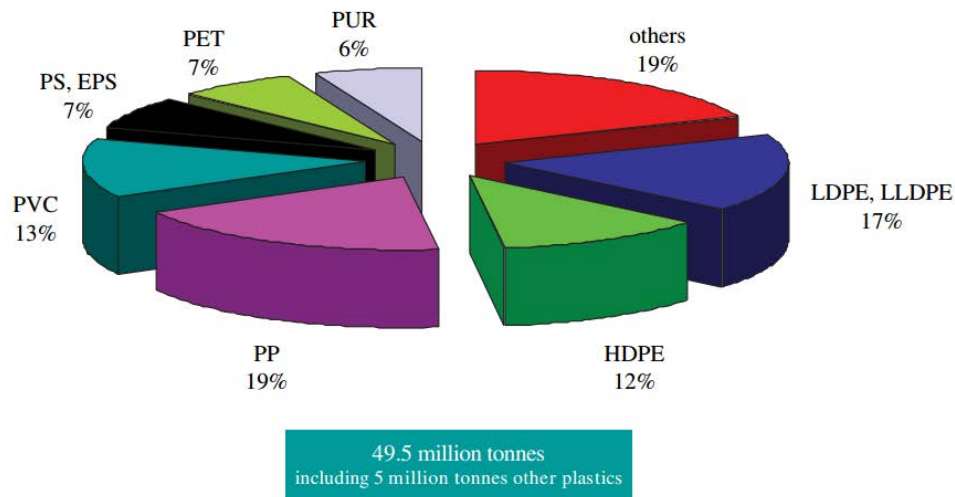


Figure 24: Demande mondiale en matériaux plastiques en 2006 [72]

7 Conclusion

Ce chapitre nous a permis de voir les différentes classes de matériaux plastiques et de spécifier la classe des matériaux utilisés au cours de ce travail. Nous avons vu que les mécanismes de déformation des polymères thermoplastiques sont totalement différents selon la microstructure, amorphe ou semi-cristalline. En point commun, les polymères thermoplastiques sont constitués de macromolécules unidimensionnelles. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons de types de Van Der Waals. La déformation à l'échelle macroscopique est la résultante de la mobilité de ces chaînes de macromolécules qui est assurée par l'existence de vide dans la matière. Il a été vu que pour des faibles taux de déformation ce sont les liaisons de Van Der Waals qui se tordent et qui sont responsables de la déformation élastique du polymère. A plus forte déformation, la mobilité des molécules dans la phase amorphe est différente de la phase semi-cristalline (amorphe + cristalline). La signature macroscopique de ces mécanismes de déformation microstructurale est donc différente pour les deux types de thermoplastique. Malgré cette différence, l'allure générale de la courbe contrainte-déformation semble être similaire. Il a

aussi été évoqué que le comportement de ces polymères thermoplastiques dépend de l'état rhéologique de la matière, pour notre cas nous avons choisi d'étudier les polymères thermoplastiques à l'état solide.

Sur le plan modélisation, de nombreux modèles ont été proposés pour modéliser le comportement macroscopique des polymères solides. Parmi ces lois de comportement, nous avons choisi d'utiliser une loi de comportement phénoménologique, notamment la loi de G'sell basée sur la théorie de la plasticité des matériaux, pour simuler par la méthode des éléments finis les essais de compression et d'indentation sur les échantillons de polymères solides.

En ce qui concerne l'essai de caractérisation mécanique, nous avons vu qu'il existe plusieurs mode de chargement selon le type de propriétés mécaniques à mettre en évidence. Dans cette étude nous allons effectuer des essais de compression monotone pour identifier les propriétés mécaniques de nos matériaux de référence.

Chapitre 2

Caractérisation mécanique des matériaux de référence par compression

Dans ce chapitre, les protocoles expérimentaux des essais de caractérisation des matériaux d'étude sont décrits. L'essai de compression a été choisi pour déterminer la courbe contrainte-déformation des matériaux d'études. Le choix a été dicté par le fait que pour certains matériaux peu ductiles (comme pour le PMMA) il est impossible d'avoir par traction une courbe contrainte-déformation au delà de 5 % de déformation. De plus, il semble que le mode de déformation en indentation est plus proche de la compression que de la traction. En marge de la caractérisation mécanique des matériaux de référence par compression, une partie concernant la simulation numérique par élément finis des essais de compression et d'indentation sera présentée en fin de chapitre.

1 Essai expérimental de compression monotone

Des essais de compression à plusieurs vitesses de déplacement, imposées et constantes, ont été effectués pour déterminer le comportement des matériaux d'études qui sont le Polycarbonate (PC), le Poly (méthyl méthacrylate) (PMMA), le Polyéthylène à Haute Densité (PEHD) et le Polyamide Nylon 6.6 renforcé à 30% de fibres de verres (PA 6.6-30% GFR). Les échantillons de PC et de PMMA ont été fournis sous forme de plaque et les éprouvettes ont été extraites de manière à avoir une forme cubique dont l'épaisseur est celle de la plaque de l'ordre de 6 mm pour le PMMA et de 8 mm pour le PC. En revanche les autres échantillons ont été extraits à partir de barres cylindriques de diamètre 10 mm en découpant de petits cylindres de 8 mm d'épaisseur et de 10 mm de diamètre environ.

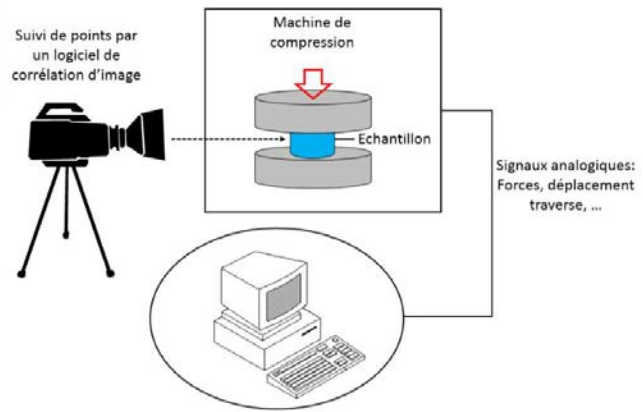
1.1 Expérimentation et mode de dépouillement de l'essai

1.1.1 Dispositifs expérimentaux

Les essais de compression ont été effectués à température ambiante sur une machine de traction/compression INSTRON séries 3369 (Figure 25-a) commandée par le logiciel Bluehill. Au cours des essais, une caméra à haute résolution a été utilisée pour suivre les déplacements de marqueurs placés sur la surface des échantillons testés. Les images enregistrées ont ensuite été exploitées avec le logiciel Deftac, développé par l'équipe photomécanique de l'Institut P' de Poitiers, afin de déterminer la déformation réelle de l'échantillon en s'affranchissant des problèmes de raideur de la machine.



(a)



(b)

Figure 25: (a) Dispositif expérimental d'essai de traction/compression INSTRON (b) Représentation schématique du suivi de marqueurs durant l'essai de compression.

La courbe contrainte vraie en fonction de la déformation vraie a été obtenue par dépouillement analytique de la courbe de l'effort en fonction du déplacement vrai de l'éprouvette. Un film de téflon a été utilisé pour réduire le frottement entre l'échantillon et l'outil de compression. La forme de l'éprouvette a été surveillée durant l'essai afin de détecter un éventuel frottement qui aurait pu favoriser un effet tonneau sur la forme de l'échantillon et par conséquent compromettre l'homogénéité du champ de déformation dans l'échantillon.

1.1.2 Dépouillement analytique de l'essai de compression

La vitesse cinématique de l'outil supérieur V_0 est constante. La conservation du volume de l'échantillon durant l'essai se traduit par $S_0 H_0 = S H$. Dans notre calcul, nous allons considérer que le frottement est négligeable car il est réduit au maximum par l'utilisation du film de Téflon.

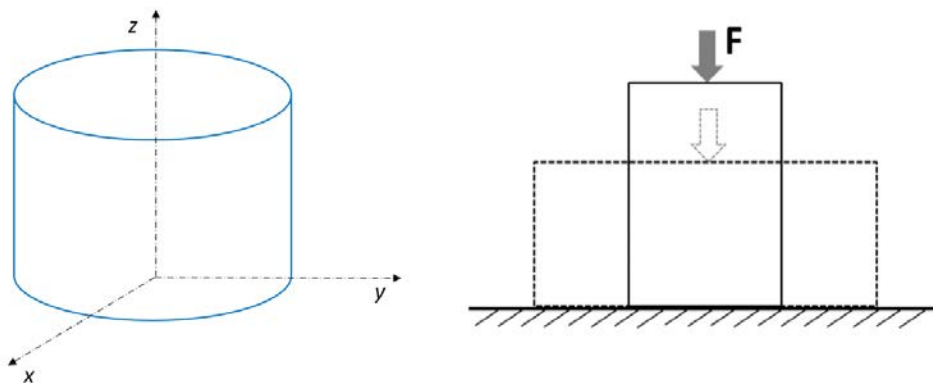


Figure 26: Représentation schématique de l'échantillon au cours de sa déformation

a) - Etude cinématique

Si le glissement est parfait entre l'outil et l'échantillon, alors le champ de vitesse peut être exprimé par :

$$\vec{V} = \begin{cases} X(x, y, z) = X(x) \\ Y(x, y, z) = Y(y) \\ Z(x, y, z) = Z(z) \end{cases} \quad (2.1)$$

L'incompressibilité doit vérifier à tout instant et en tout point de l'échantillon la relation suivante :

$$\text{div} \vec{V} = \frac{\partial X}{\partial x} + \frac{\partial Y}{\partial y} + \frac{\partial Z}{\partial z} = 0 \quad (2.2)$$

Dans un repère quelconque, la loi d'écoulement associée au critère de Von Mises est définie par :

$$f(\tilde{\sigma}) = (\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + 6\sigma_{xy}^2 + 6\sigma_{yz}^2 + 6\sigma_{zx}^2 - 2\sigma_y^2 \quad (2.3)$$

Où $\tilde{\sigma}$ est le tenseur de contrainte de Cauchy, σ_{ij} ses composantes et σ_y la contrainte d'écoulement du matériau. Ainsi, si $\dot{\tilde{\varepsilon}}$ est le tenseur de vitesse de déformation, la loi d'écoulement associée au critère de Von Mises sera définie par :

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \lambda^{pl} \frac{\partial f(\tilde{\sigma})}{\partial \sigma_{ij}} \quad (2.4)$$

où λ^{pl} est un multiplicateur plastique.

En combinant les relations 2.3 et 2.4, on a :

$$\begin{cases} \dot{\varepsilon}_{xx} = 6\lambda^{pl}(\sigma_{xx} + p) \\ \dot{\varepsilon}_{yy} = 6\lambda^{pl}(\sigma_{yy} + p) \\ \dot{\varepsilon}_{zz} = 6\lambda^{pl}(\sigma_{zz} + p) \end{cases} \quad (2.5)$$

Avec $p = -\frac{1}{3}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz})$ est la partie sphérique du tenseur de contrainte.

Les conditions aux limites sont résumées par les relations suivantes :

$$\begin{cases} X(0) = Z(0) = 0 \\ Z(h) = -V_0 \\ \sigma_{xx} = \sigma_{yy} \end{cases} \quad (2.6)$$

Ainsi la relation 2.2 devient :

$$2 \frac{\partial X}{\partial x} + \frac{\partial Z}{\partial z} = 0 \quad (2.7)$$

En résolvant l'équation 2.5, la vitesse de déformation généralisée et la déformation généralisée sont définies par :

$$\dot{\varepsilon} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\tilde{\varepsilon}} : \dot{\tilde{\varepsilon}}} = \frac{V_0}{h} \quad (2.8)$$

Et

$$\varepsilon = \int_0^t \dot{\varepsilon} dt = \ln\left(\frac{h_0}{h}\right) \quad (2.9)$$

b) - Calcul de la contrainte et de la déformation vraie dans l'échantillon

Finalement pour un essai de compression dont le frottement est supposé négligeable, les expressions de la déformation et de la contrainte sont respectivement données par les équations (2.10) et (2.12):

$$\varepsilon = -\ln\left(1 + \frac{\Delta h}{h_0}\right) \quad (2.10)$$

Où $\Delta h = h - h_0$, obtenu soit à partir d'un suivi de point en utilisant une caméra à haute résolution, soit par les capteurs de déplacement sur la traverse en retranchant la raideur de la machine.

A partir des mesures de déformation, la déformation volumique locale correspondant à la dilatation ou à la contraction du volume élémentaire représentatif (VER) est donnée par :

$$\varepsilon_V = tr(\tilde{\varepsilon}) = \varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33} = \ln\left(\frac{V}{V_0}\right) \quad (2.11)$$

En supposant que l'éprouvette est incompressible, la contrainte vraie est alors définie par:

$$\sigma = \left(\frac{F}{S_0} \right) \exp(-\varepsilon_{11}) \quad (2.12)$$

La charge F est obtenue à partir d'un capteur d'effort qui est monté en série avec le bâti de la machine. La courbe contrainte-déformation obtenue est une courbe intrinsèque au matériau et peut être considérée comme observable mécanique à l'échelle macroscopique pour la construction des lois de comportement.

c) Calcul de la raideur de la machine

A début de l'essai, l'ensemble $\{\text{éprouvette} + \text{machine}\}$ subit une déformation élastique, ce qui vérifie l'utilisation d'un modèle représenté par deux ressorts montés en série.

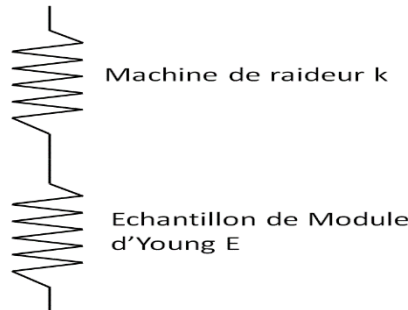


Figure 27: Représentation schématique du principe de calcul de la raideur de la machine

D'après la Figure 27, on peut dire que :

$$F_{total} = F_{machine} = F_{echantillon} \quad (2.13)$$

Et

$$\Delta l_{total} = \Delta l_{machine} + \Delta l_{echantillon} \quad (2.14)$$

Où F_{total} , $F_{machine}$ et $F_{echantillon}$ sont respectivement l'effort total appliquée sur l'ensemble, l'effort appliqué à la machine et l'effort appliqué sur l'échantillon. Pour des petits déplacements, on a :

$$\begin{cases} F_{total} = k_{total} \Delta l_{total} \\ F_{machine} = k_{machine} \Delta l_{machine} \\ F_{echantillon} = k_{echantillon} \Delta l_{echantillon} \end{cases} \quad (2.15)$$

Où k_{total} , $k_{machine}$ et $k_{echantillon}$ sont respectivement la pente initiale de la courbe de la force en fonction du déplacement obtenue à partir des données de la traverse, la raideur de la machine et la raideur de l'échantillon. En combinant les relations 2.13, 2.14 et 2.15, la raideur de la machine est définie par :

$$k_{machine} = \frac{k_{total} k_{echantillon}}{(k_{echantillon} - k_{total})} \quad (2.16)$$

La raideur de la machine peut être calculée soit à partir de la raideur de l'échantillon en utilisant les données obtenues par suivi des points, soit en faisant un chargement sans éprouvette, en liant entre eux les dispositifs de fixation des éprouvettes.

En connaissant la raideur de la machine, le déplacement réel de la traverse est donné par :

$$\Delta l_{echantillon} = \Delta l_{total} - \frac{F}{k_{machine}} \quad (2.17)$$

1.2 Résultats et discussions

La figure 28 montre les différentes courbes force-déplacement corrigé de la traverse, obtenues à partir d'essais de compression, pour les matériaux de référence avec 4 vitesses cinématiques différentes. Pour chaque vitesse cinématique de traverse, au moins 2 essais ont été faits pour s'assurer de la reproductibilité de l'essai.

Notons que le suivi des points sur les échantillons de compression ($\approx 10 \text{ mm de hauteur}$) pose un problème de précision au moment où les points sont confondus. Pour cette raison, nous avons choisi d'utiliser le déplacement corrigé de la traverse afin de calculer la déformation. Néanmoins, les données obtenues par suivi des points sont utilisées pour vérifier si les résultats obtenus à partir de la traverse, après correction, sont corrects.

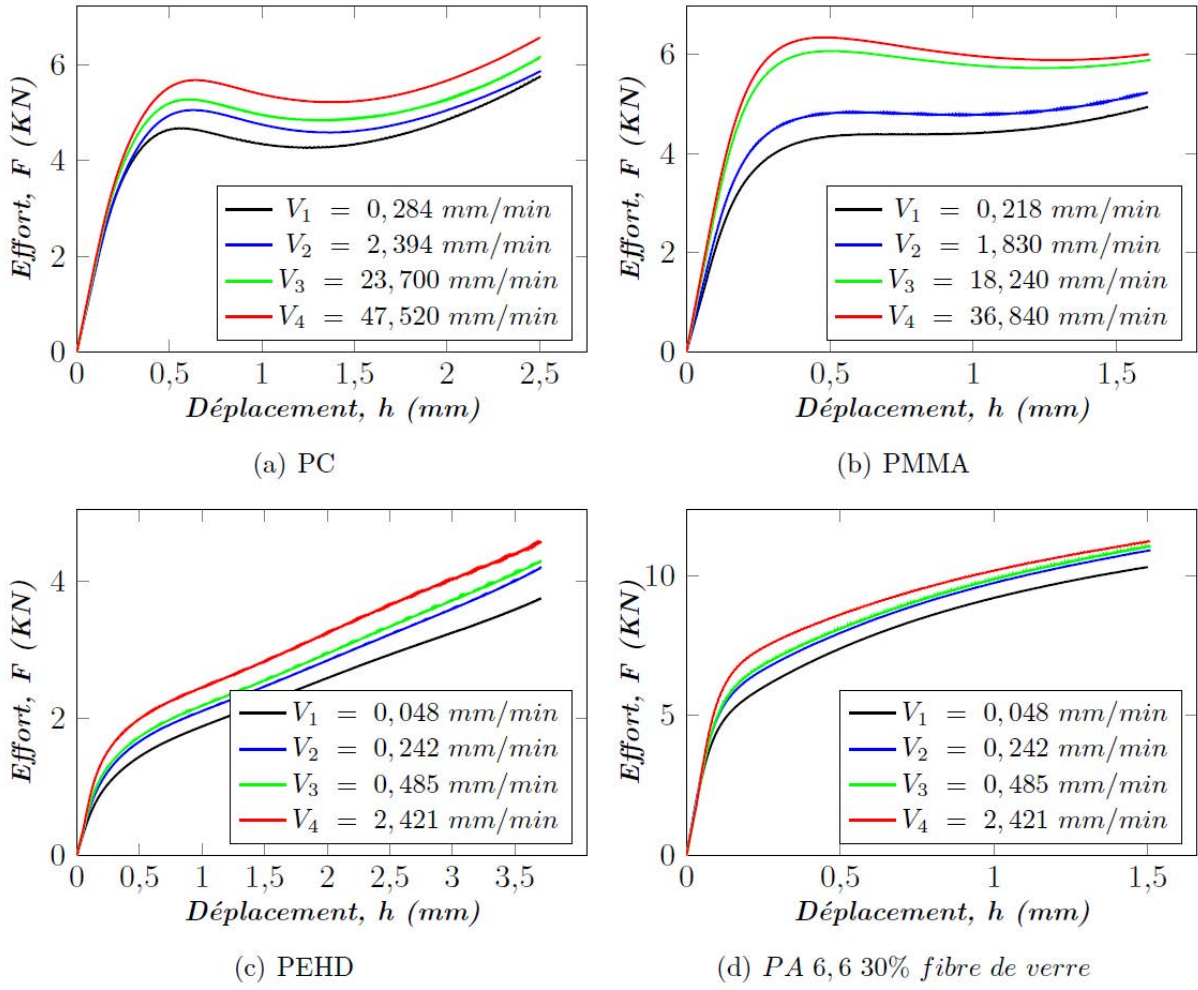


Figure 28: Courbes Force-déplacement obtenues par essai de compression sur les matériaux de référence : V_i étant la vitesse cinématique de l'essai

Sur la figure 29, sont présentées les courbes contrainte vraie - déformation vraie obtenues par dépouillement analytique des essais de compression. Chaque courbe est repérée par sa vitesse de déformation initiale car la vitesse de déformation varie durant l'essai (Equation 2.8).

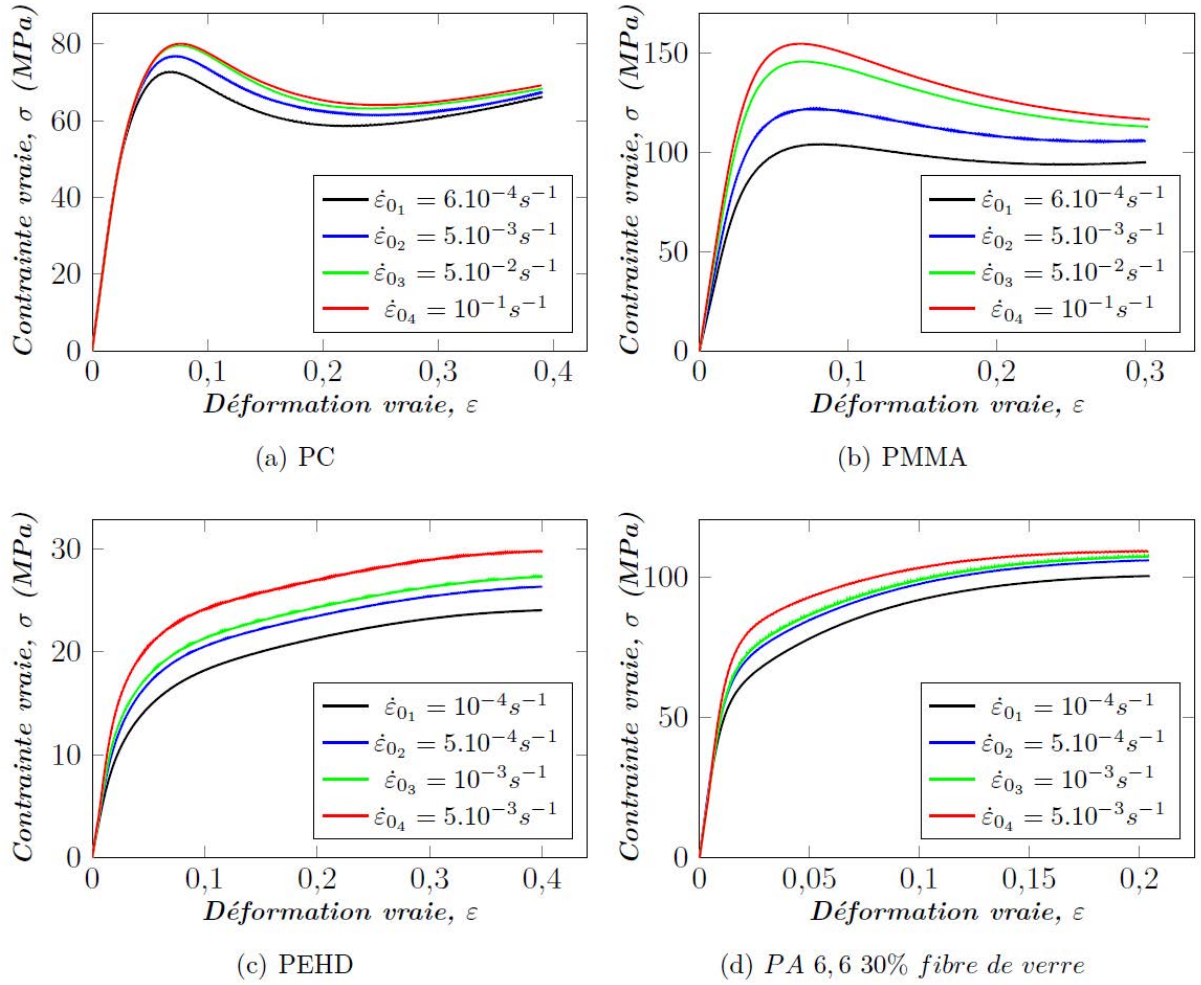


Figure 29: Courbes de la contrainte en fonction de la déformation obtenue par dépouillement analytique de l'essai de compression pour les matériaux de référence

Ces figures mettent en évidence l'influence de la vitesse de déformation à température ambiante pour tous les matériaux. A des faibles valeurs de déformation, les courbes présentent toutes une partie linéaire qui peut être interprétée comme un comportement élastique linéaire. Pour le PMMA, contrairement aux autres matériaux, cette partie linéaire semble avoir une pente qui varie en fonction de la vitesse de déformation. La partie linéaire est suivie d'une partie non linéaire et c'est dans cette dernière que la sensibilité à la vitesse est très remarquable. L'existence du crochet de contrainte suivi d'un durcissement ne passe pas inaperçue pour le PC et le PMMA. Ces observations expérimentales confirment ce qui a été vu dans la littérature [56, 60, 73-75].

Par ailleurs, des essais de traction simple avec une vitesse de déformation proche de celle des essais de compression ont quand même été faits pour le PC et le PMMA. La figure 30 montre la courbe contrainte-déformation obtenue par dépouillement analytique de l'essai.

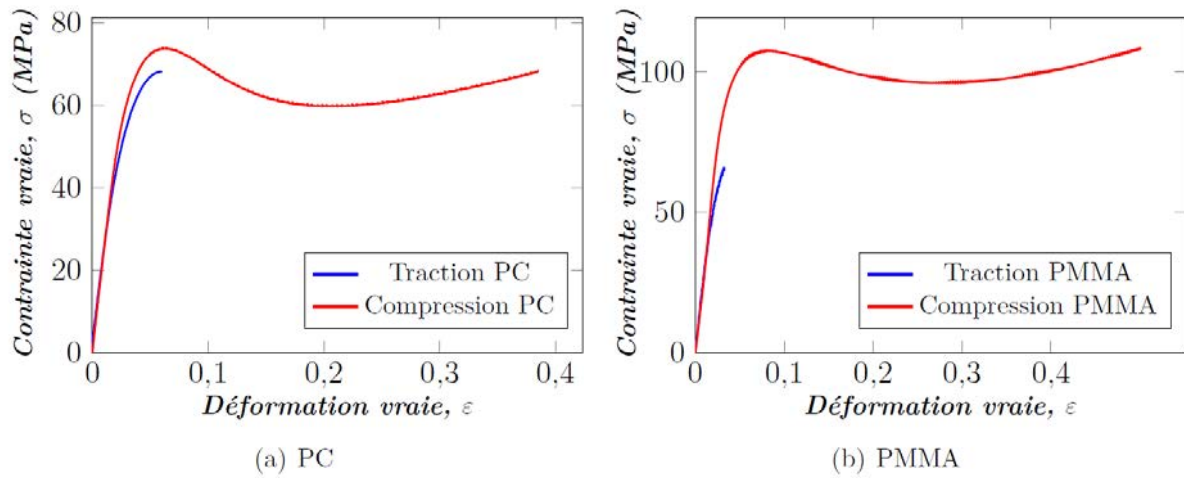


Figure 30: Comparaison de la courbe de la contrainte en fonction de la déformation vraie obtenue par essai de traction et par essai de compression avec les mêmes vitesses de déformation initiales (a) pour le PC, (b) pour le PMMA

Ces résultats permettent de constater une dissymétrie du comportement en traction et en compression. Dans la littérature, de nombreux auteurs expliquent cette dissymétrie par une sensibilité à la pression hydrostatique des polymères. Cependant, la différence de vitesse de déformation observée au cours de ces deux essais, malgré le choix de vitesses de déformation initiales suffisamment proches, peut constituer une première explication. A partir de dépouillement analytique des essais expérimentaux, nous avons pu constater que :

$$\frac{\dot{\varepsilon}^{Compression}}{\dot{\varepsilon}^{Traction}} = \exp(2\varepsilon) \quad (2.18)$$

Pour une déformation de 5 % alors la vitesse de déformation en compression sera 1,11 fois supérieure à la vitesse de déformation en traction. Dans notre étude, faute de moyen pour piloter des essais de compression et de traction à vitesses de déformation rigoureusement identiques, nous ne pouvons pas expliquer avec certitude la non superposition des lois de comportement obtenues par traction et par compression. C'est la raison pour laquelle, dans notre travail, nous avons considéré que cette dissymétrie peut être considérée négligeable et par conséquent, en supposant que nos échantillons sont insensibles à la pression hydrostatique, nous avons choisi d'utiliser le critère de Von Mises pour les simulations numériques.

2 Modélisation de la loi de comportement

2.1 Identification des paramètres rhéologiques de la loi de G'sell

Les paramètres rhéologiques de la loi G'sell (Equation 1.18) ont été déterminés en minimisant l'écart, défini au sens des moindres carrées, entre le modèle et la courbe contrainte-déformation vraie obtenue par dépouillement analytique des essais de compression à différentes vitesses de déformation. Dans ce cas, la contrainte est définie par la contrainte équivalente de Von Mises donc un scalaire. La déformation est la déformation de Hencky obtenue directement à partir des essais de compression. Les paramètres rhéologiques identifiés avec la moyenne des erreurs relatives moyennes correspondantes sont résumées dans le tableau 1.

	<i>PC</i>	<i>PMMA</i>	<i>PEHD</i>	<i>PA 6,6 30 % GFR</i>
<i>K (MPa.s^m)</i>	93,442	193,821	0,914	0,359
<i>w</i>	4,369	4,799	79,281	171,401
<i>a</i>	7,933	6,333	5,663	21,223
<i>b</i>	16,883	15,091	1,299	1,467
<i>h</i>	0,000	0,000	2,751	3,627
<i>n</i>	1,000	1,000	0,195	0,103
<i>m</i>	0,023	0,069	0,058	0,029
<i>Erreur (-)</i>	1,143 10 ⁻³	1,197 10 ⁻³	2,582 10 ⁻⁴	2,620 10 ⁻⁴

Tableau 1 : Paramètres de la loi de G'sell identifiés sur l'ensemble des courbes de contrainte-déformation obtenus par dépouillement analytique des essais de compression

L'erreur ici est calculée par :

$$Erreur(-) = \left(\frac{1}{N_{vitesse}} \right) \sum_{j=1}^{N_{vitesse}} \left(\frac{\sum_{i=1}^{N_{exp}} (\sigma_i^{cal} - \sigma_i^{exp})^2}{\sum_{i=1}^{N_{exp}} (\sigma_i^{exp})^2} \right) \quad (2.19)$$

Où N_{exp} est le nombre de point de mesure expérimentale et $N_{vitesse}$ est le nombre avec laquelle les essais de compression ont été effectués.

La loi de G'sell, souvent utilisée pour les polymères solides [5, 76], permet de bien reproduire l'allure de la contrainte en fonction de la déformation de ces matériaux comme le montre la Figure 31 ci-dessous. Notons cependant que le nombre important des paramètres qui interviennent rend difficile la caractérisation mécanique de ces matériaux.

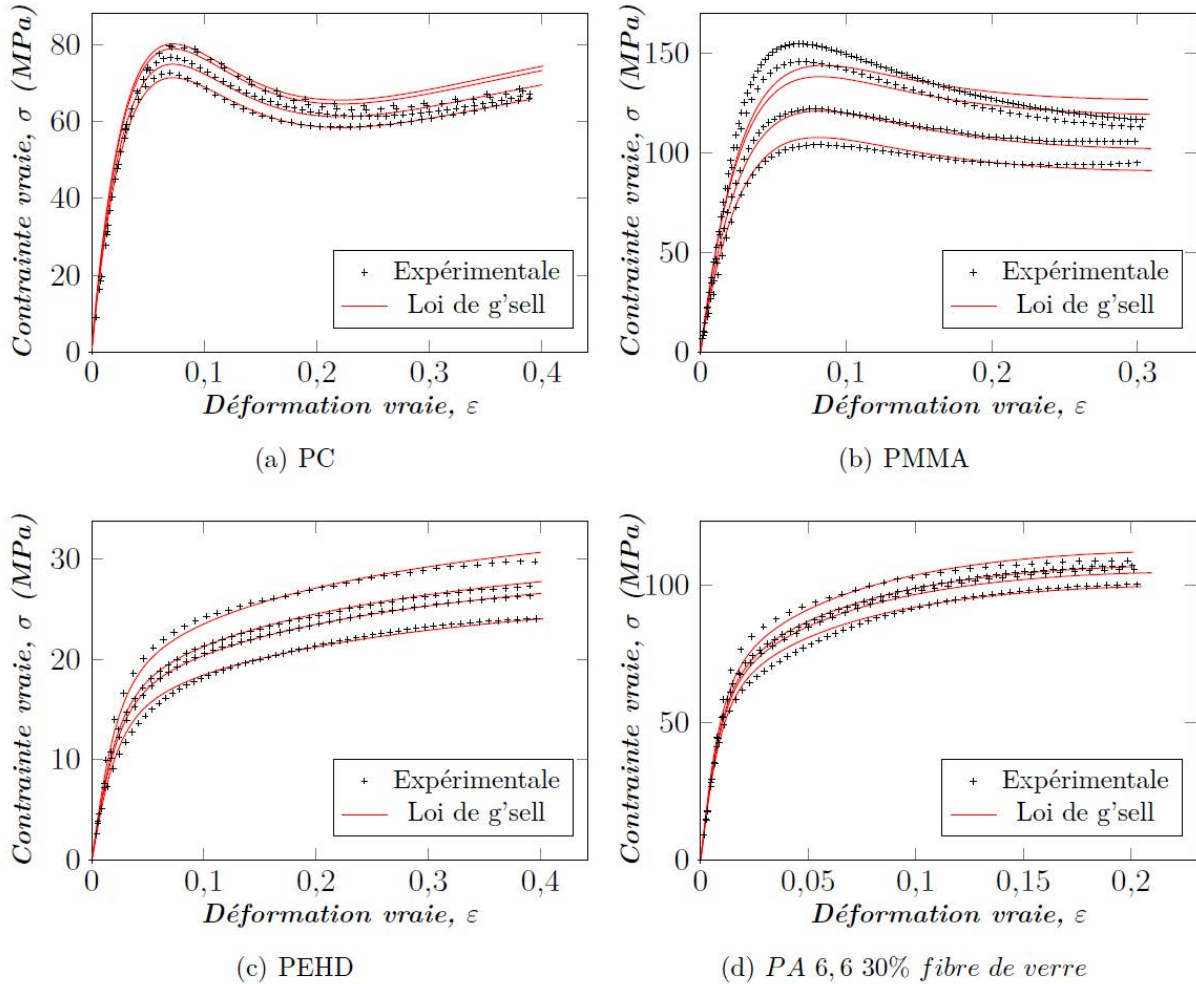


Figure 31 : Courbe contrainte-déformation comparant les résultats obtenus par dépouillement analytique des essais de compression et le modèle de G'sell

2.2 Identification des paramètres rhéologiques de la loi de G'sell modifiée

Pour modéliser la partie quasi linéaire au début de la courbe de la contrainte en fonction de la déformation et aussi pour exploiter le formalisme élasto-plastique souvent utilisé en indentation, nous allons modifier la loi de G'sell en ajoutant un comportement élastique linéaire défini par la loi de Hooke. Ainsi, cette nouvelle formulation que nous appellerons loi de G'sell modifiée sera exprimée par la relation suivante :

$$\begin{cases} \sigma = E\varepsilon & \text{si } \sigma \leq \sigma_y \\ \text{Sinon } \sigma = \sigma_y + K(1 - \exp(-w\varepsilon_p))(1 + a \exp(-b\varepsilon_p))\exp(h\varepsilon_p)\dot{\varepsilon}^m \end{cases} \quad (2.20)$$

Où ε_p est la déformation plastique. Le module d'élasticité peut être calculé suivant la norme ISO 527-1 qui consiste à trouver un coefficient de proportionnalité entre la courbe de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale dans une portion de 0,05 % et 0,25 % de déformation nominale. Dans notre cas, le module d'élasticité et la limite élastique sont obtenus en approximant la première partie de la courbe par une droite de régression sur la première partie de la courbe de la contrainte vraie. Le tableau 2 ci-dessous résume les valeurs du module d'élasticité ainsi que la limite d'élasticité de chacun des matériaux étudiés pour des vitesses de déformation inférieure à 10^{-3} s^{-1} .

		E (MPa)	σ_y (MPa)	Coefficient de corrélation r^2	E (MPa) Fabricant
PC	$\dot{\varepsilon}_0 = 6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	2247,820	39,637	0,999	-
	$\dot{\varepsilon}_0 = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	2247,820	39,637	0,999	-
PMMA	$\dot{\varepsilon}_0 = 6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	3264,863	61,356	1,000	-
	$\dot{\varepsilon}_0 = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	4744,909	95,910	0,999	-
PEHD	$\dot{\varepsilon}_0 = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	532,735	8,157	0,991	500 - 1200
	$\dot{\varepsilon}_0 = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	721,974	13,979	0,994	
PA 6,6 30%	$\dot{\varepsilon}_0 = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	5640,638	26,878	0,999	10000 - 11000
	$\dot{\varepsilon}_0 = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	5590,073	28,381	0,997	

Tableau 2 : Module d'élasticité et limite d'élasticité identifiés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues par dépouillement analytique des courbes force-déplacement expérimentales.

D'après le tableau 2, le module d'élasticité déterminé à partir de la pente initiale de la courbe contrainte-déformation du PMMA et du PEHD varie selon la vitesse de déformation de l'essai. Ceci confirme ce qui a été constaté par Mulliken et al. [74] sur le PMMA (Figure 32) et celui par Arnaud et al. [50] sur le PEHD.

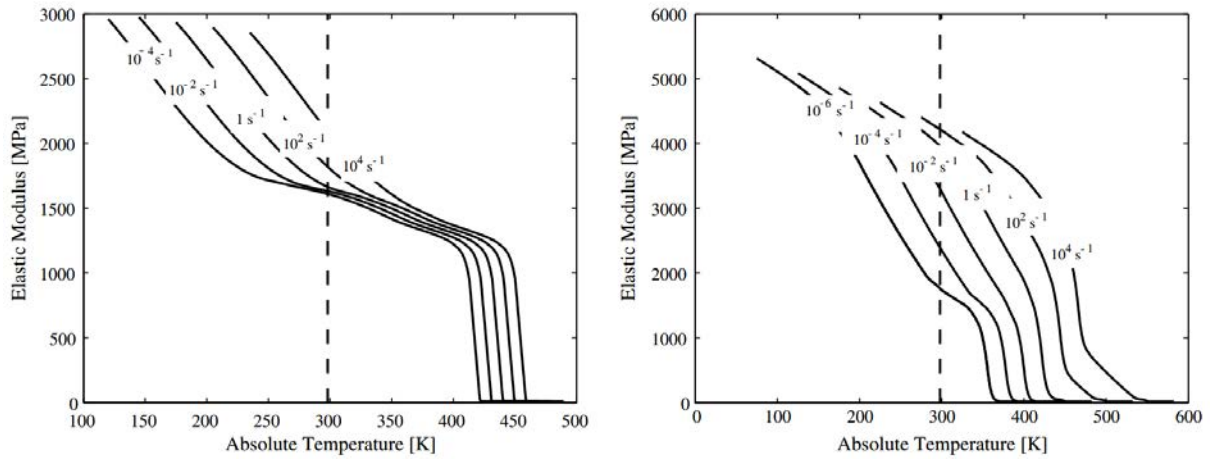


Figure 32: Module d'élasticité pour différentes vitesses de déformation : (a) PC, (b) PMMA. La ligne discontinue verticale représente la température ambiante [74]

Cette observation s'explique par le comportement viscoélastique linéaire du matériau. La pente initiale de la courbe contrainte-déformation n'est pas convenable pour calculer le module d'élasticité car cette pente est une contribution du module conservatif qui ne dépend ni du temps ni du module de perte caractérisant la viscosité. Néanmoins, pour la simulation des essais de compression, nous allons considérer que le module d'élasticité est défini par la pente initiale et que cette dernière varie en fonction de la vitesse de déformation. Cette simplification peut poser des soucis pour la simulation de l'essai d'indentation car le champ de vitesse de déformation est très hétérogène sous l'indenteur. Pour cette raison nous allons considérer la valeur moyenne. Les paramètres de la loi de G'sell modifiée ont été ensuite déterminés en faisant une régression linéaire sur les courbes de compression ayant une vitesse de déformation inférieure à 10^{-3} s^{-1} .

Le tableau 3 ci-dessous montre les valeurs des paramètres de la loi de G'sell modifiée sachant que la limite d'élasticité a été déterminée plus haut (Tableau 2). L'erreur est définie par la moyenne de l'erreur relative obtenue à partir de chaque courbe contrainte-déformation à différentes vitesses.

	<i>PC</i>	<i>PMMA</i>	<i>PEHD</i>	<i>PA 6,6 30 % GFR</i>
<i>K (MPa.s^m)</i>	7,020	67,686	0,045	0,146
<i>w</i>	93,080	30,000	14315,000	133976,000
<i>a</i>	8,146	3,345	13,388	79,351
<i>b</i>	12,233	36,889	0,947	1,842
<i>h</i>	4,373	0,000	4,682	3,257
<i>n</i>	1,000	1,000	0,083	0,145
<i>m</i>	0,055	0,081	0,081	0,043
<i>Erreur (-)</i>	1,442 10 ⁻³	1,075 10 ⁻³	1,040 10 ⁻³	7,094 10 ⁻⁴

Tableau 3: Paramètres de la loi de G'sell modifiée identifiées à partir des courbes contrainte-déformation obtenues par dépouillement analytique des courbes force-déplacement expérimentales.

2.3 Identification des paramètres d'une loi de type Hollomon

Le PEHD et le PA 6,6 30% GFR présentent un comportement monotone qui peut être modélisé par une loi puissance de type Hollomon. Dans ce cas, la déformation, définie par la somme d'une déformation élastique linéaire et d'une déformation plastique, est exprimée par la relation suivante :

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p \quad (2.21)$$

Où $\varepsilon = \int d\varepsilon$, $\varepsilon_p = \int d\varepsilon_p$ et $\varepsilon_e = \int d\varepsilon_e$ avec $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p$.

Pour les essais de compression uniaxiale où la relation contrainte-déformation est définie par une relation scalaire, l'équation 2.21 conduit à :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{K \dot{\varepsilon}_p^m} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (2.22)$$

Où K , n et m sont les paramètres rhéologiques de la loi de comportement et E est le module d'élasticité. Les valeurs de ces paramètres rhéologiques, résumées dans le tableau 3, sont déterminées en minimisant l'écart au sens des moindres carrés entre l'équation (2.22) et la

déformation obtenue à partir des courbes expérimentales. Le module d'élasticité est déterminé à partir de la pente initiale de la courbe contrainte-déformation comme dans le cas de la loi de G'sell modifiée.

L'erreur est obtenue en faisant la somme de la somme des résidus pour chaque courbe à différentes vitesses et est définie par la relation suivante :

$$Erreur = \sum_{i=1}^4 \left[\sum_{j=1}^N (\varepsilon_j^{\text{exp}} - \varepsilon_j^{\text{modèle}})^2 \right]_{vit i} \quad (2.23)$$

Où N est le nombre de points de mesure.

	$K (MPa.s^m)$	n	m	$Erreur (-)$
PEHD	48,552	0,143	0,063	0,454
PA 6,6 30% GFR	159,952	0,124	0,027	1,112

Tableau 4 : Paramètres de la loi puissance identifiés à partir des courbes contrainte-déformation du PEHD et du PA 6,6 30% GFR

3 Simulations numériques

Dans ce paragraphe, des simulations numériques d'essais de compression et d'indentation à partir des paramètres identifiés précédemment ont été effectuées sur le logiciel ABAQUS. Comme nous l'avons déjà évoqué, nous supposons que notre matériau est isotrope et insensible à la pression hydrostatique. Dans ce cas, nous allons utiliser le critère de plasticité de Von Mises.

3.1 Simulation numérique des essais de compression

La simulation numérique des essais de compression est effectuée sur un modèle axisymétrique représenté sur la figure 33.

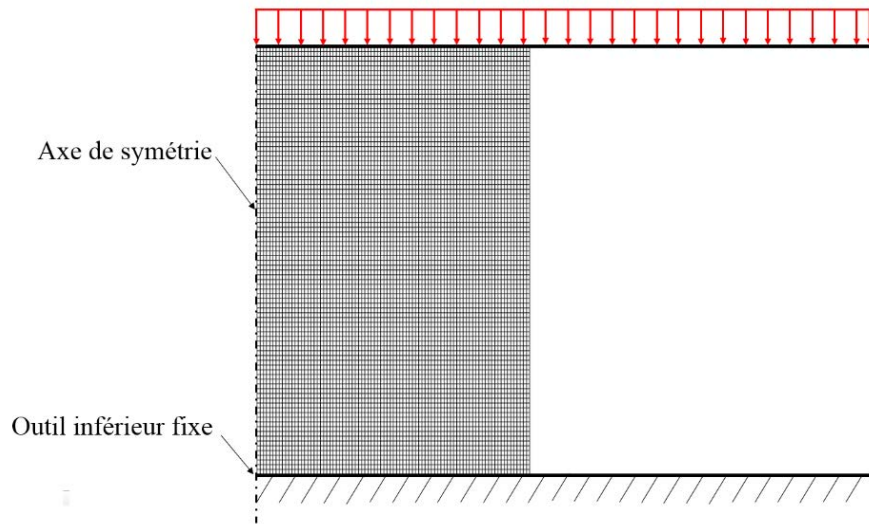


Figure 33 : Représentation schématique du modèle élément finis pour la simulation numérique d'un essai de compression

Le contact entre l'échantillon et les outils de compression est considéré sans frottement et par conséquent les champs de contraintes et de déformations dans l'échantillon sont toujours homogènes durant la simulation. Les outils de compression sont considérés rigides indéformables. Le maillage de l'échantillon est linéaire avec des éléments quadrilatères à 4 nœuds CAX4R.

La loi de G'sell modifiée a été utilisée pour la simulation numérique des essais de compression sur les 4 échantillons tandis que la loi puissance a été utilisée seulement pour les échantillons de PEHD et de PA 6,6 30% GFR. La Figure 34 montre une comparaison entre les courbes contrainte-déformation obtenues par dépouillement analytique des essais expérimentaux et les courbes issues des simulations numériques à partir de la loi de G'sell modifiée. D'après la figure ci-dessus, la simulation numérique avec la loi de G'sell modifiée reproduit bien le comportement du matériau observé à partir des résultats expérimentaux. L'inconvénient de cette loi est le nombre relativement élevé de paramètres.

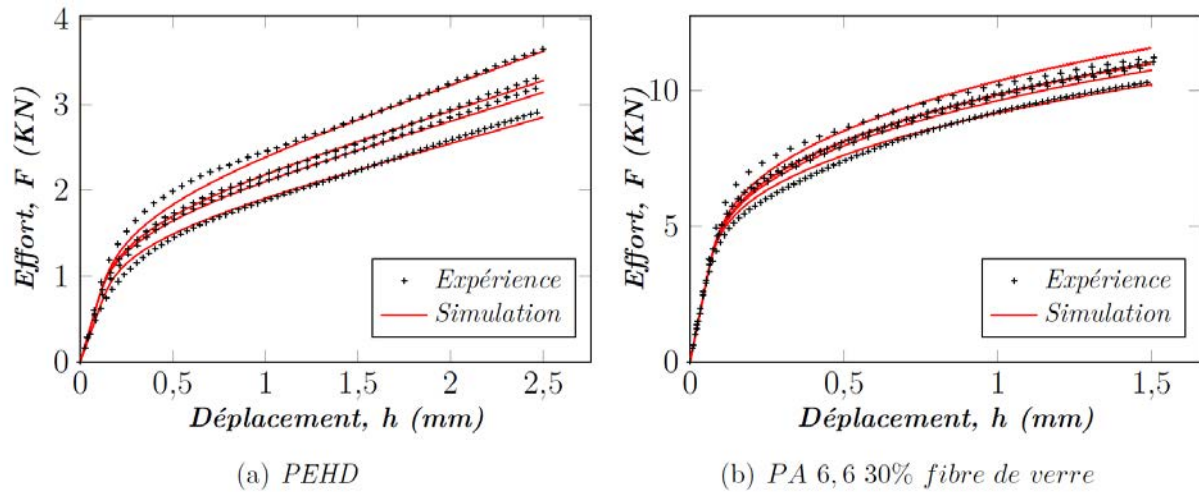


Figure 34: Comparaison entre les courbes force-déplacement issues des essais de compression et celles obtenues par simulations numériques en utilisant la loi de *G'sell* modifiée

La figure 35 montre les courbes contrainte-déformation obtenues par dépouillement analytique des essais expérimentaux et des simulations numériques du PEHD et du PA 6,6 30% GFR. Cette figure met en évidence que le comportement mécanique de ces 2 matériaux peut très bien être modélisé par la loi puissance capable de prendre en compte la sensibilité à la vitesse de déformation, avec moins de paramètres.

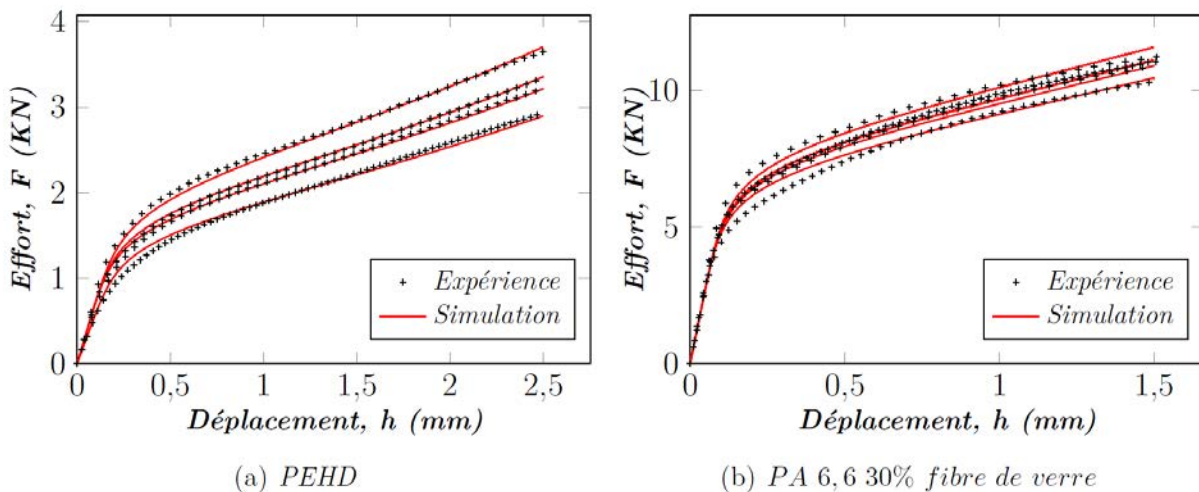


Figure 35: Comparaison entre les courbes force-déplacement issues des essais de compression et celles obtenues par simulations numériques en utilisant la loi puissance

3.2 Simulation numérique des essais d'indentation

Des simulations d'essai d'indentation ont été effectuées en utilisant les paramètres identifiés par compression et en supposant que le couplage thermomécanique est négligeable. Comme pour la simulation des essais de compression, la simulation de l'essai d'indentation est effectuée sur un modèle axisymétrique (Figure 12 et 13).

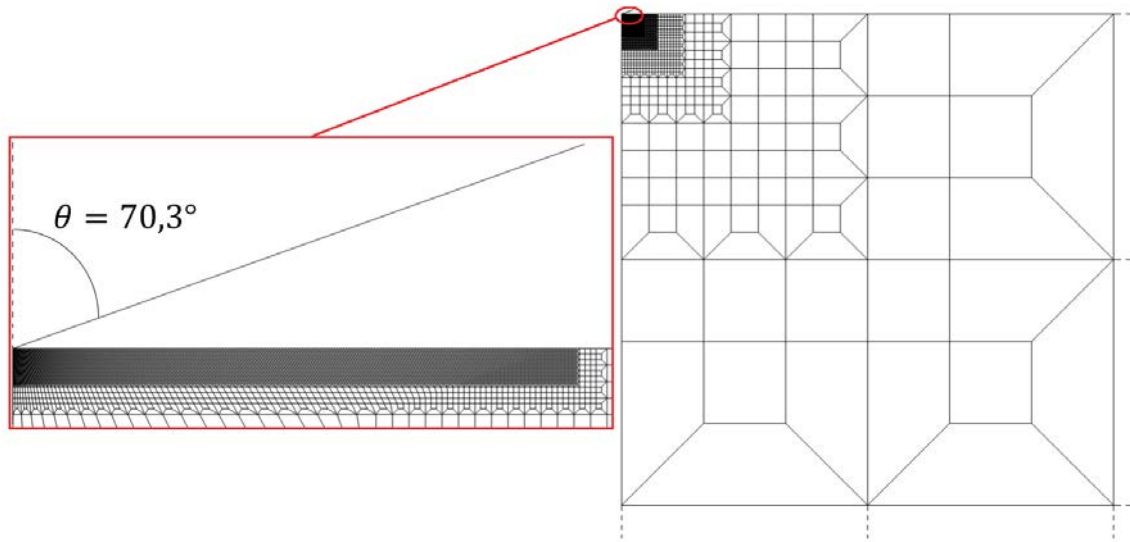


Figure 36: Schéma du modèle numérique axisymétrique de l'essai d'indentation conique avec un demi-angle $70,3^\circ$

L'indenteur conique, d'angle de pointe de $70,3^\circ$, est considéré comme rigide et le contact entre l'indenteur et l'échantillon est modélisé par la loi de Coulomb définie par le coefficient de frottement μ que nous avons pris égal à 0,3 pour nos simulations numériques, toutefois l'influence de ce coefficient de frottement sera abordé plus tard. Le maillage est un maillage linéaire avec des éléments quadrilatères à 4 nœuds CAX4R et paramétré de telle sorte que la taille des éléments diminue progressivement au fur et à mesure que l'on s'approche de la zone de contact.

Pour le modèle avec un indenteur sphérique, l'indenteur est maillé avec le même type d'éléments que ceux utilisés pour mailler l'échantillon. Le comportement mécanique de l'indenteur sphérique est un comportement élastique linéaire défini par un module d'élasticité $E = 600 \text{ GPa}$ et un module de Poisson de 0,23. Le profil réel de l'indenteur est pris en compte pour l'indentation conique comme pour l'indentation sphérique.

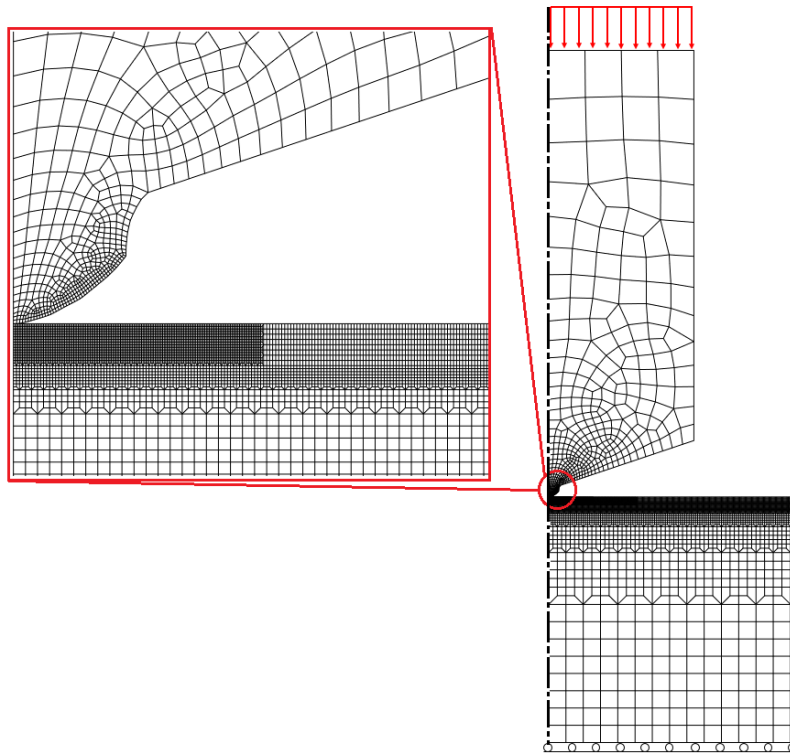
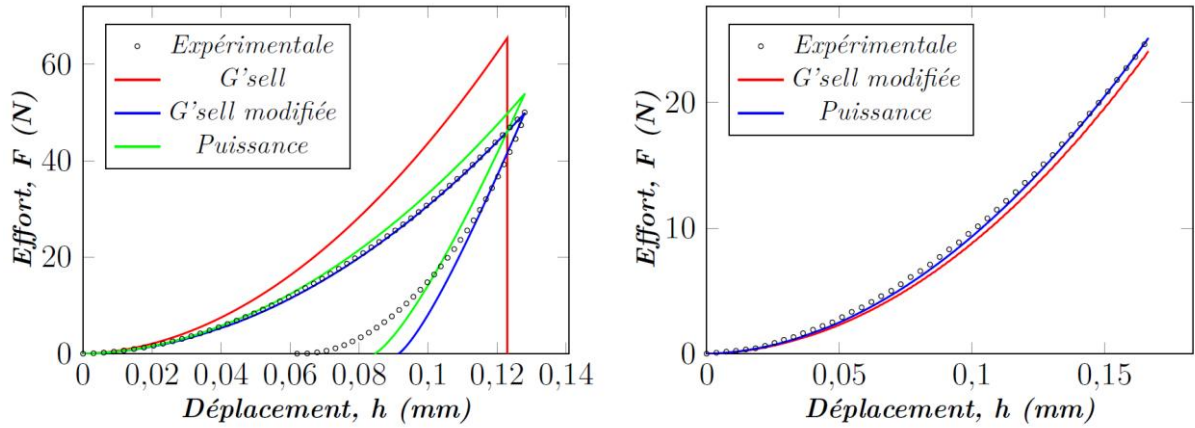


Figure 37: Schéma du modèle numérique axisymétrique de l'essai d'indentation sphérique de rayon $r = 0.25 \text{ mm}$

Les simulations numériques de l'indentation permettent d'accéder à l'évolution de l'effort d'indentation en fonction de l'enfoncement de l'indenteur dans le matériau. La figure 38 donne une comparaison des courbes expérimentales et des courbes numériques issues des simulations par éléments finis pour plusieurs modèles de comportement. La loi de G'sell qui n'est pas écrite sous le formalisme elasto-plastique est implémentée dans Abaqus en utilisant uniquement la déformation plastique cumulée, ce qui explique la raideur de la courbe en rouge par rapport aux autres. Si le champ de déformation était homogène en indentation, comme dans le cas d'un essai de compression uniaxiale sans frottement, le problème ne se poserait pas ; mais en indentation l'hétérogénéité du champ de déformation soulève ce fait.

Concernant le PC, figure 38-a, on observe que seule la simulation numérique en utilisant la loi de G'sell modifiée modélise parfaitement la courbe de chargement, on retrouve également la même pente de décharge qui se traduit par une même valeur du module réduit. Cependant, toute la partie de la courbe de déchargement n'est pas modélisée par cette loi puisque dans la modélisation la décharge est obtenue par le retour élastique, or le PC présente une propriété viscoélastique qui n'est pas prise en compte dans ce modèle. Soulignons que la simulation numérique de l'essai d'indentation sur le PC en utilisant une loi puissance a été effectuée avec

les paramètres rhéologiques déterminés à partir de la première partie de la courbe contrainte-déformation (jusqu'à 5 % de déformation). Ainsi, on obtient une courbe un peu plus raide puisque la loi puissance ne prend pas en compte l'adoucissement de contrainte.



(a) Indentation conique ($\theta = 70,3^\circ$) sur le PC (b) Indentation conique ($\theta = 70,3^\circ$) sur le PEHD

Figure 38: Comparaison entre l'essai d'indentation expérimentale et des simulations numériques obtenues à partir de différents modèles à plusieurs vitesses d'enfoncement

Concernant le PEHD, figure 38 (b), on observe que l'utilisation de la loi puissance conduit à de meilleurs résultats que lorsque la loi de G'sell est utilisée. Ceci n'est pas surprenant puisque comme il a été dit plus haut, le comportement de ce matériau est mieux modélisé par la loi puissance que par la loi de G'sell.

3.3 Simulation avec prise en compte du couplage thermomécanique

La faible température de transition vitreuse associée à la faible conductivité thermique pour les matériaux polymères favorise le phénomène d'auto-échauffement dû à la dissipation du travail de déformation plastique qui influence le comportement mécanique. Dans ce cas, on parle de couplage thermomécanique. La variation de la température dans le cadre d'une petite transformation d'un milieu isotrope est définie par l'équation de la chaleur suivante :

$$\rho C_p \frac{dT}{dt} = -\text{div } \vec{J}_q + r + T \left\{ \left(\frac{\partial \tilde{\sigma}}{\partial T} \right)_{\tilde{\epsilon}_e} - \frac{\tilde{\sigma}}{\rho} \left(\frac{\partial \rho}{\partial T} \right)_{\tilde{\epsilon}_e} \right\} : \frac{d\tilde{\epsilon}_e}{dt} + \eta \left(\frac{d\tilde{\epsilon}_p}{dt} : \tilde{\sigma} \right) \quad (2.24)$$

Où ρ est la masse volumique, C_p , la chaleur spécifique, η , le coefficient de Taylor-Quinney ou le coefficient d'abattement dans Abaqus dont la valeur varie entre 0,5 et 1. Dans l'équation 2.24, $\vec{J}_q = -\lambda_T \overrightarrow{\text{grad}} T$ est le vecteur flux de chaleur avec λ_p la conductivité thermique.

Pour notre étude, nous n'avons pas eu les moyens de mesurer l'évolution de la température durant l'essai expérimental cependant il a été montré [60] que la déformation élastique est isotherme à l'échelle macroscopique. C'est ce qui nous a permis de négliger le couplage dû à la partie élastique et par conséquent l'équation 2.24 devient en utilisant la contrainte équivalente de Von Mises :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \eta \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} - \lambda_p \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \quad (2.25)$$

Où $\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)$ est définis par l'équation (1.18) et si l'on est dans le cas d'un processus adiabatique $\lambda_p = 0$.

Dans la suite, des simulations numériques des essais de compression et d'indentation ont été effectuées en tenant compte de l'équation (2.25) pour voir l'influence de ce phénomène d'auto-échauffement dans ABAQUS. Les simulations numériques ont été effectuées avec les paramètres rhéologiques de la loi de comportement du PEHD identifiés classiquement dans le paragraphe précédent. Les caractéristiques physiques et thermiques du PEHD fournies par Goodfellow sont résumées dans le tableau suivant :

$\rho (g.cm^{-3})$	$C_p (J.K^{-1}.Kg^{-1})$	$\lambda_p (W.m^{-1}.K^{-1})$
0,95	1900	0,45 – 0,52

Tableau 5 : Caractéristiques physiques et thermiques du PEHD

La Figure 39 montre les courbes contrainte-déformation obtenues à partir du dépouillement analytique de l'essai de compression expérimentale du PEHD pour les deux vitesses de déformations extrêmes et des simulations numériques dans des processus isotherme et adiabatique.

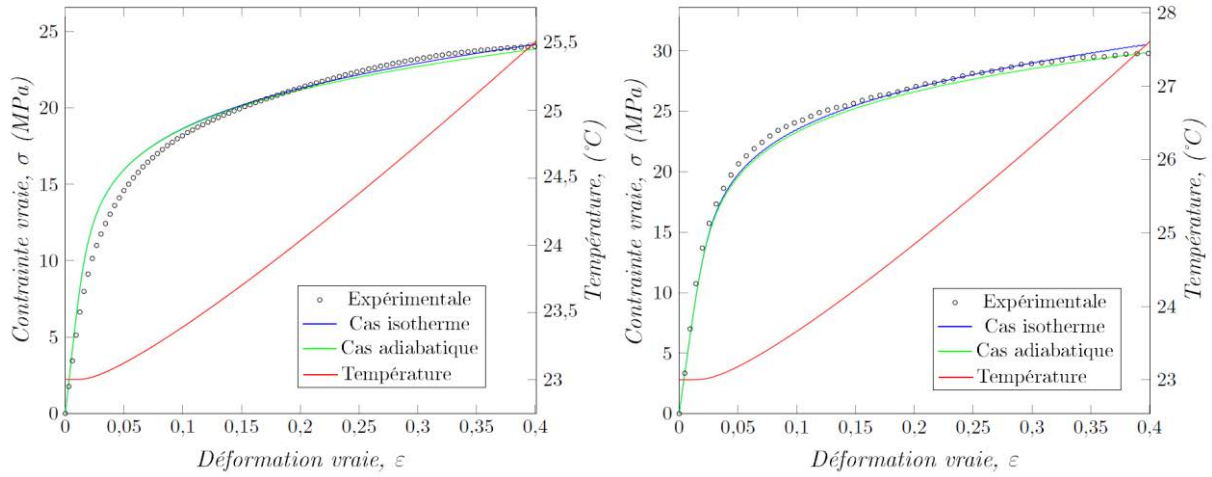


Figure 39: Comparaison des courbes contrainte-déformation obtenue à partir des données expérimentales et les simulations numériques dans le cas d'un processus isotherme et adiabatique : à gauche – Vitesse de déformation initiale égale à $\dot{\epsilon}_{01} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à droite – Vitesse de déformation égale à $\dot{\epsilon}_{02} = 5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

D'après cette figure, l'auto échauffement a un effet de vitesse inverse sur la courbe contrainte-déformation, ceci explique le fait que pour des vitesses de déformation importantes, notamment supérieures à 10^{-4} s^{-1} pour le PEHD, l'effet de la température doit être pris en compte dans le dépouillement de l'essai de compression. Afin de voir l'effet de la prise en compte de l'auto échauffement, une procédure d'identification par analyse inverse a été lancée pour déterminer les paramètres rhéologiques de la loi puissance du PEHD. Dans le modèle numérique sur lequel l'identification inverse a été effectuée, l'auto échauffement a été prise en compte.

La fonction coût est définie par :

$$E^{Comp} = \left[\frac{1}{N} \sum_{j=1}^4 \sum_{i=1}^N (F_{ij}^{num} - F_{ij}^{exp})^2 \right] \quad (2.26)$$

Où i est le nombre de point de mesure et j correspond aux 4 courbes obtenues pour 4 vitesses de traverse.

Les paramètres rhéologiques de la loi puissance identifiés par analyse inverse à partir des essais compression à différentes vitesses sur le PEHD sont présentés dans le tableau 6.

	$K \text{ (MPa.s}^m\text{)}$	n	m	E_{RMS}^{Comp}
PEHD	59,075	0,176	0,078	0,420

Tableau 6 : Paramètres rhéologiques du PEHD identifiés par analyse inverse à partir d'un essai de compression avec prise en compte de l'auto-échauffement

Les résultats montrent une légère augmentation de tous les paramètres rhéologiques (en comparant aux valeurs du tableau 4) et notamment du coefficient de sensibilité à la vitesse, ce qui corrobore avec tous ce qu'on vient de citer en ce qui concerne l'influence de l'auto-échauffement sur la courbe contrainte déformation.

Pour le cas de l'essai d'indentation, les figures 40 et 41 montrent le champ de température obtenu numériquement dans les cas adiabatique et isotherme respectivement. D'après la figure 41, le volume concerné par l'auto échauffement est plus important dans le cas où la conductivité thermique est égale à $\lambda_p = 0,45$, valeur de référence pour le PEHD.

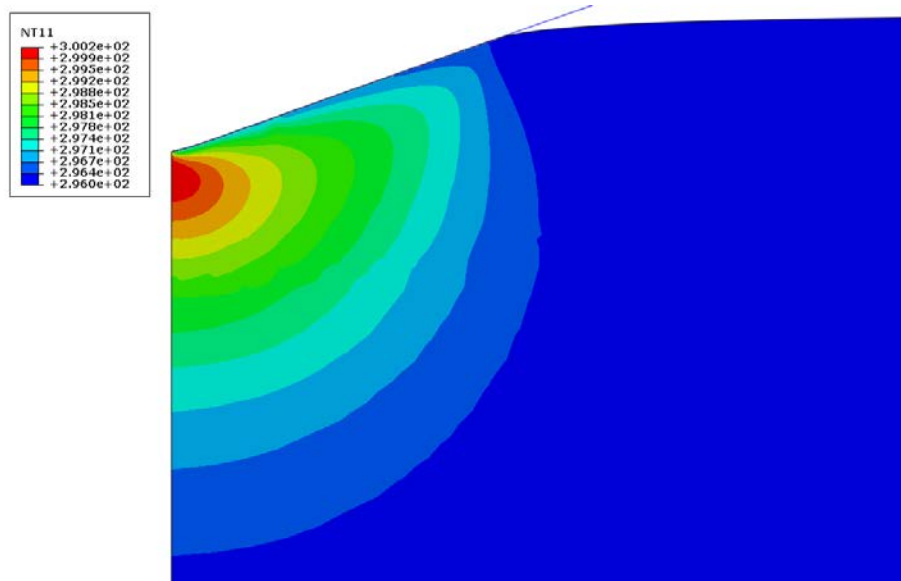


Figure 40: Champ de température (en °K) due à la dissipation de l'énergie de déformation plastique sous forme de chaleur dans une condition adiabatique $\lambda_p = 0$, lors de la simulation d'un essai d'indentation conique ($\theta = 70,3^\circ$) à une vitesse de pénétration de 50 $\mu\text{m/s}$

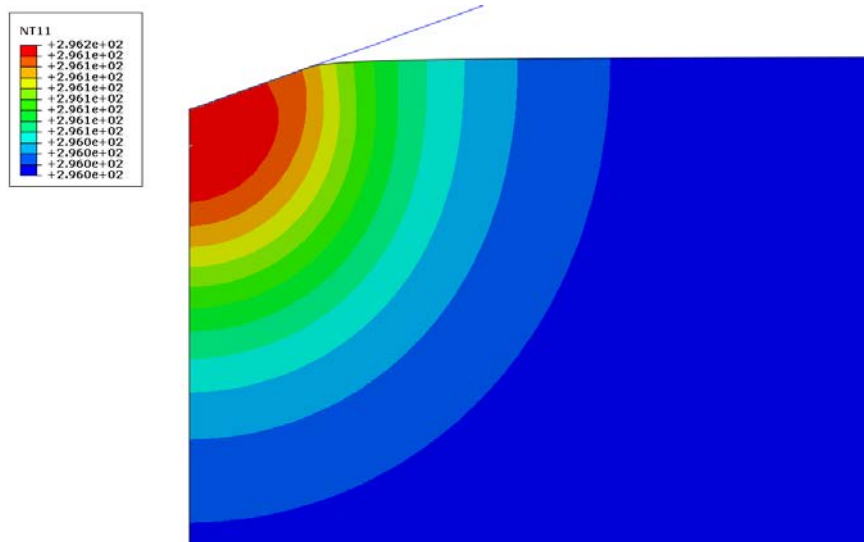


Figure 41: Champ de température (en °K) due à la dissipation de l'énergie de déformation plastique sous forme de chaleur dans une condition isotherme $\lambda_p = 0,45$, lors de la simulation d'un essai d'indentation conique ($\theta = 70,3^\circ$) à une vitesse de pénétration de $50 \mu\text{m/s}$

Notons que la différence de volume concerné par l'auto-échauffement, pour les cas adiabatique et isotherme, n'affecte pas beaucoup la réponse en indentation du matériau, notamment la courbe force-déplacement comme le montre la Figure 42 ci-dessous.

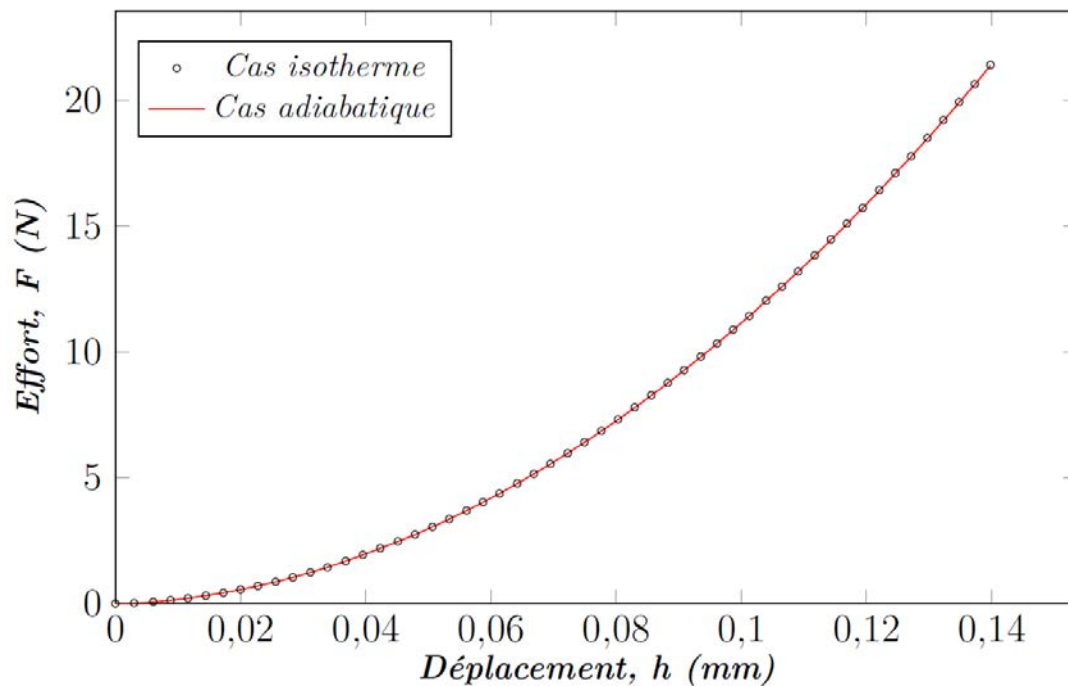


Figure 42: Comparaison entre une courbe force-déplacement obtenue par simulation numérique de l'indentation conique pour les cas isotherme et adiabatique

Ces résultats confirment ceux trouvés par Bucaille et al. sur le PC [77] qui stipulent que l'auto-échauffement n'a pas d'influence sur la courbe force-déplacement en indentation.

4 Conclusion

Pour conclure ce chapitre, on peut souligner plusieurs points :

- (i) Les essais de compression à différentes vitesses de déformation sur les matériaux de références ont pu mettre en évidence que le comportement macroscopique de ces matériaux est très complexe. La loi de G'sell qui est une loi très utilisée pour modéliser le comportement mécanique des polymères à l'état solide modélise très bien le comportement mécanique de ces matériaux. Cependant l'implémentation de la loi dans un code de calcul pose des difficultés puisque la loi de G'sell est directement exprimée en fonction de la déformation plastique cumulée or, dans le cas de l'indentation, la déformation élastique influe beaucoup sur la réponse mécanique du matériau par indentation. Ceci justifie la manière d'utiliser des lois écrites sous le formalisme élastoplastique pour modéliser la réponse en indentation des matériaux. Aussi avons-nous modifié la loi de G'sell afin de mieux modéliser le comportement mécanique macroscopique de nos matériaux tant en indentation qu'en compression. Cependant, la loi de G'sell modifiée comporte un nombre élevé de paramètres rhéologiques,
- (ii) Pour le PEHD et PA 6,6 30 % GFR, on constate que le comportement mécanique ne présente pas de crochet de contrainte. En conséquence, il peut être modélisé par une loi de type puissance. Pour l'étude de l'indentation, nous allons considérer cette loi,
- (iii) Les courbes contrainte-déformation obtenues par dépouillement analytique des essais de compression doivent être corrigées pour prendre en compte le phénomène d'auto-échauffement. . En revanche, l'auto échauffement est moins important en indentation et sans effet sur les courbes d'indentation.

Chapitre 3

Caractérisation mécanique par indentation

L'essai de dureté a été développé depuis plus d'un siècle. Le concept de dureté semble être inné à l'être humain puisqu'avant même que l'on apprenne à parler, nous avons la notion de « dur » et de « mou » que nous distinguons via nos organes de sens.

Pour quantifier une valeur de dureté d'un matériau, l'idée est d'enfoncer un objet de forme géométrique connue et plus dur que le matériau à étudier. A partir de la valeur de l'effort appliqué et des caractéristiques de l'empreinte résiduelle, une valeur est déduite et sera associée au matériau testé, c'est la dureté du matériau. L'essai d'indentation instrumentée a vu le jour en s'inspirant de l'essai de dureté et au fil des temps il a été développé pour s'appliquer à la large gamme de matériaux utilisés par l'être humain.

Ce chapitre est composé de trois parties. Une première partie est dédiée à un bref historique de l'indentation instrumentée, depuis sa genèse à partir de l'essai de dureté. La deuxième partie aborde les différentes approches utilisées dans la caractérisation mécanique par indentation. Enfin, une conclusion est proposée dans le but de faire un résumé de ce qui a été fait et de positionner le point de vue adopté dans ces travaux de thèse.

1 Genèse de l'essai d'indentation

L'indentation instrumentée s'effectue de manière à enfoncer un pénétrateur, généralement plus dur, dans le matériau à tester. Auparavant, ce procédé a été exploité pour étudier la dureté d'un matériau. Actuellement, grâce à l'évolution de la technologie, il est utilisé dans le but de déterminer le comportement mécanique intrinsèque du matériau à différentes échelles.

1.1 Essai de dureté

Brinell [78] était le premier à proposer une quantification de la dureté d'un matériau. Conventionnellement, le principe de l'essai de dureté est basé sur la mesure de l'empreinte résiduelle sur le matériau déformé et la valeur de dureté est définie comme étant la résistance mécanique du matériau à l'enfoncement de l'indenteur. La valeur de dureté est obtenue en faisant le rapport entre la charge normale et la surface réelle ou la surface projetée de l'empreinte, donc la dureté a la dimension d'une pression.

Il existe plusieurs types de duretés [79] qui diffèrent par la forme de l'indenteur utilisé (conique, sphérique, pyramidale à base carrée, pyramidale à base rectangulaire,...). On distingue:

- La dureté Brinell H_B qui est obtenue à l'aide d'un indenteur sphérique:

$$H_B = \frac{2 F}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)} \quad (3.1)$$

Où D est le diamètre de l'indenteur ; F , la charge normale et d , le diamètre de l'empreinte rémanente.

- la dureté Meyer H_M qui s'obtient en utilisant aussi un indenteur sphérique :

$$H_M = \frac{4 F}{\pi d^2} \quad (3.2)$$

- La dureté Vickers H_V a été proposée dans les années 1920 par les ingénieurs de la société Vickers en Angleterre. Elle s'obtient en utilisant un indenteur pyramidal à base carrée en diamant, avec un angle au sommet égale à 136° :

$$H_V = \frac{2 F \sin(68^\circ)}{d^2} \quad (3.3)$$

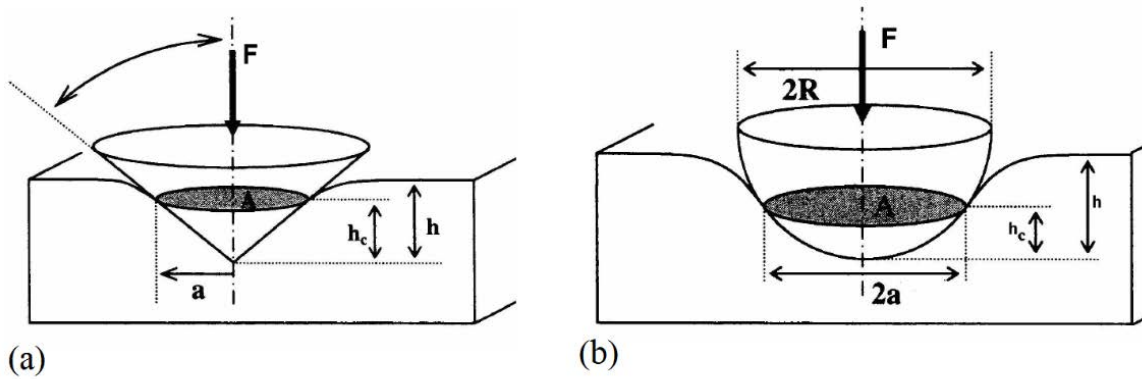


Figure 43: Représentation schématique d'un essai d'indentation (a) indenteur conique, (b) indenteur sphérique

Les valeurs de la dureté obtenues par les formules précédentes dépendent de la valeur de la force normale F et de la précision des mesures de l'empreinte rémanente. Dans le but d'améliorer les résultats obtenus, Meyer [80] a proposé une formulation qui décrit l'évolution de la dureté en fonction du rayon de contact entre l'indenteur et le matériau:

$$H = \frac{F}{\pi a_c^2} = \kappa \left(\frac{a_c}{2R} \right)^q \quad (3.4)$$

Où κ et q sont des constantes du matériau.

L'introduction du rayon de contact sous-entend la prise en compte de la déformation élastique locale que subit le matériau et permet de s'affranchir du problème lié à la mesure de l'empreinte résiduelle. Ainsi, c'était dans l'esprit d'enrichir d'avantage ce que l'on mesure expérimentalement qu'est né le concept de l'indentation instrumentée.

1.2 Indentation instrumentée

L'indentation instrumentée consiste à mesurer simultanément l'effort appliqué F en fonction de l'enfoncement de l'indenteur h . Ce test révèle un potentiel intéressant dans le cadre de la caractérisation mécanique des matériaux du fait de son caractère local, ne nécessitant que peu de volume de matière et un simple polissage de la surface à tester. Initialement, l'indentation instrumentée a été conçue pour résoudre le problème posé par la mesure de l'empreinte rémanente puis pour déterminer les propriétés élastiques telles que le module d'élasticité des matériaux métalliques. Plus tard, plusieurs méthodes d'approche ont été développées dans le but de déterminer les propriétés d'écrouissage des matériaux par indentation. Tout comme l'essai de dureté, l'indentation instrumentée peut s'effectuer en utilisant des indenteurs de différentes formes géométriques. Dans le cadre de notre travail, nous avons utilisée des indenteurs coniques avec différents angles de conicité et un indenteur sphérique de rayon $R = 0.25 \text{ mm}$.

2 Caractérisation mécanique par indentation

Comme nous l'avons évoqué précédemment, l'indentation instrumentée s'opère de la même manière que l'essai de dureté. La mise en œuvre de cet essai ne pose pas de problème particulier lorsqu'on dispose d'un banc d'essai fiable. Le plus grand défi est dans la manière dont on va déterminer les propriétés intrinsèques des matériaux à partir de ce que l'on mesure, qui est généralement l'effort en fonction de l'enfoncement.. Contrairement aux essais conventionnels de traction et de compression, le champ de contraintes et de déformations sous l'indenteur est très hétérogène.

Dans cette partie, nous allons présenter les différentes approches utilisées pour déterminer les paramètres de lois d'écrouissage et leur application aux matériaux métalliques dont le comportement est dit « elasto-plastique ». Ensuite, nous allons faire un bilan de ce qui a été fait pour la caractérisation mécanique des matériaux, tels que les polymères, dont le comportement dépend du temps.

2.1 Les différentes méthodes d'approches utilisées pour le dépouillement des courbes d'indentation

Les différentes méthodes de dépouillement de l'essai d'indentation peuvent être classées en deux grands groupes. Pour le premier, la méthode consiste à utiliser des modèles, généralement empiriques, reliant les grandeurs mesurables en indentation avec les propriétés mécaniques et les paramètres de la loi de comportement du matériau testé. Pour le second, la méthode est basée sur l'utilisation de l'analyse inverse. Dans ce qui suit, nous allons développer d'avantage ces deux groupes.

2.1.1 Utilisation des modèles d'indentation

La méthode nécessite en premier lieu l'élaboration d'un modèle d'indentation reliant les grandeurs mesurables en indentation et les paramètres de la loi de comportement du matériau. Cette phase nécessite d'analyser, expérimentalement et/ou numériquement, la réponse à l'indentation de plusieurs types de matériaux sous différentes conditions de chargement. Le modèle de comportement sera ensuite utilisé dans un processus de minimisation d'écart avec la courbe d'indentation expérimentale pour déduire les paramètres de la loi de comportement du matériau testé (Figure 44). Dans cette catégorie de méthodologies se trouvent aussi l'utilisation de la déformation représentative associée à l'indentation que nous allons aborder avec plus de détails dans les paragraphes qui suivent.

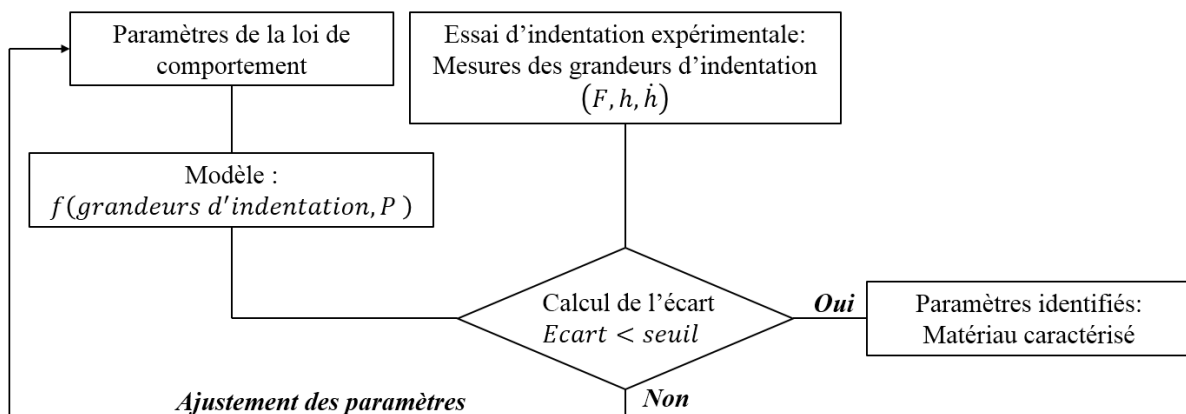


Figure 44: Représentation schématique de processus de caractérisation mécanique d'un matériau par indentation en utilisant un modèle qui relie grandeurs d'indentation et paramètres de la loi de comportement du matériau

Cette méthode utilisant un modèle d'indentation présente l'avantage d'être simple à mettre en œuvre et rapide car une fois le modèle établi, le processus d'identification est effectué sans avoir recours à une simulation numérique. Cependant, les modèles sont souvent limités par la loi de comportement choisie pour la modélisation des propriétés intrinsèques du matériau et ne sont utilisables que dans les conditions expérimentales prévues par le modèle.

2.1.2 Identification par analyse inverse

L'analyse inverse [81, 82] consiste à minimiser l'écart entre les données obtenues par simulation numérique et les données mesurées expérimentalement (figure 45). Contrairement à l'approche précédente, l'identification par analyse inverse requiert l'utilisation d'un modèle numérique par élément finis et d'un algorithme d'optimisation tout au long du processus d'identification. Pour que la comparaison entre numérique / expérimentale ait un sens, il faut que le modèle numérique reproduise au mieux les conditions expérimentales, c'est-à-dire que le modèle numérique doit intégrer tous les phénomènes physiques et les conditions d'essai qui ont été utilisées pour obtenir les courbes d'indentation expérimentales.

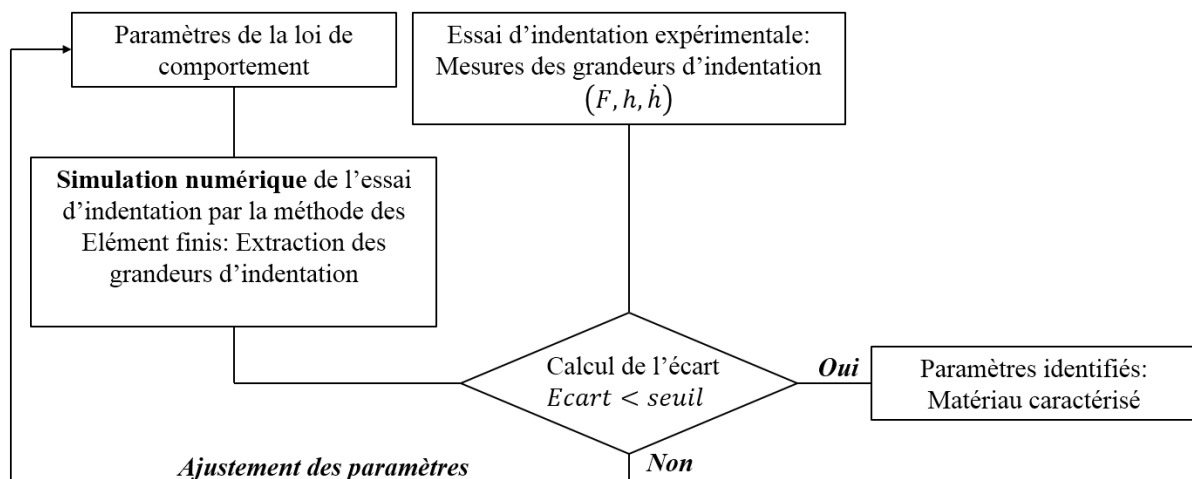


Figure 45: Représentation schématique du principe de l'identification par analyse inverse

L'étape de la modélisation de la loi de comportement (Cf. Chapitre 1) est alors indispensable pour pouvoir utiliser le processus de l'identification par analyse inverse. Cette approche semble être simple en application, mais elle peut engendrer des difficultés mathématiques. Le modèle numérique qui est représenté par le modèle de comportement doit reproduire au mieux ce qui se passe dans la réalité, mais reste un modèle approché. L'identification inverse consiste alors à inverser ce modèle qui est proche de la réalité. C'est là que se pose le

problème lié à l'existence, à l'unicité et à la stabilité de la solution. Si ces trois conditions ne sont pas satisfaites, on dit que le problème est mal posé et nécessite une régularisation [83].

2.2 Caractérisation mécanique des matériaux « elasto-plastiques » par indentation

2.2.1 Détermination des propriétés élastiques par indentation

L'étude du comportement élastique par indentation est basée sur la théorie des contacts développée par Hertz [84]. En 1939, Love [85] a proposé une relation entre l'effort d'indentation F et la pénétration h dans le cas d'un indenteur conique rigide appliqué normalement à la surface d'un matériau. Dans ses travaux, il a défini l'effort d'indentation par la relation :

$$F = \left(\frac{E}{1-\nu^2} \right) \frac{2 h^2 \tan \theta}{\pi} \quad (3.5)$$

Où E est le module d'élasticité, ν le coefficient de poisson et θ le demi-angle de l'indenteur conique.

Dans le but de développer la relation pour une autre forme d'indenteur, la relation globale suivante a été proposée :

$$f(\rho) = B_d \rho^d \quad (3.6)$$

Où ρ est le rayon et B_d et d sont des constantes. Ainsi, Galin [86] a proposé la relation suivante :

$$F = \frac{E}{1-\nu_m^2} \left[B_d^{-\frac{1}{d}} 2^{\frac{2}{d}} d^{\frac{d-1}{d}} \frac{1}{d+1} \left(\Gamma\left(\frac{d}{2}\right) \right)^{-\frac{2}{d}} (\Gamma(d))^{\frac{1}{d}} \right] h^{\frac{d+1}{d}} \quad (3.7)$$

Où $\Gamma(d)$ étant la fonction d'Euler et ν_m le coefficient de poisson du matériau. En dérivant la relation (3.7) par rapport à h , on a :

$$\frac{dF}{dh} = \frac{E}{1-\nu_m^2} \left[\frac{4\Gamma(d)}{B_d d} \right]^{\frac{1}{d}} h^{\frac{1}{d}} = \frac{2E}{1-\nu_m^2} a \quad (3.8)$$

Où a est le rayon de contact.

Plus tard, Bulychev et al. [87] ont proposé une relation pour déterminer le module d'élasticité réduit à partir de la relation de Galin. Ainsi, ils ont proposé la relation de « BASH » (Bulychev, Alekhin et Shorshorov) qui fait intervenir la raideur de contact S en fonction de l'aire de contact A (équation 2.9) :

$$S = \frac{dF}{dh} = 2\sqrt{\frac{A}{\pi}} E^* \quad (3.9)$$

Où $E^* = \left(\frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_m^2}{E_m} \right)^{-1}$ est le module d'élasticité réduit du matériau.

D'après cette relation, le module d'élasticité du matériau est déterminé à partir de la pente de la courbe de décharge. Le seul blocage était la détermination de l'aire contact. Une première approche pour résoudre ce problème était de calculer l'aire de contact directement à partir de l'empreinte résiduelle après l'essai. Les résultats obtenus ne sont pas très satisfaisants du fait que l'on néglige la variation de l'aire de contact pendant la décharge. Ainsi, une deuxième approche a été proposée, elle consiste à évaluer l'aire de contact à partir des données de la courbe d'indentation, notamment la profondeur maximale h_{max} et la profondeur finale h_f . Doener et Nix [88] ont initié une recherche suivant cette approche et ont proposé la relation (3.10) pour déterminer la hauteur de contact h_C et en déduire le rayon de contact pour un indenteur cylindrique :

$$h_C = h_{max} - \frac{F}{S} \quad (3.10)$$

Dans le but d'adapter la précédente relation pour tous types d'indenteur, Oliver et Pharr [89, 90] ont proposé une formulation plus générale :

$$h_C = h_{max} - \varepsilon \frac{F}{S} \quad (3.11)$$

Où ε est une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur. La relation (3.11) (avec ε qui varie de 1 à 0,75) stipule que la surface aux alentours de la zone de contact présente un affaissement ($h_C \leq h_{max}$). Cependant dans la réalité, la surface autour de la zone de contact peut présenter un bourrelet au lieu d'un affaissement, dans ce cas, la relation proposée par Oliver et Pharr n'est plus valable. Pour résoudre ce problème, Loubet et al. [91] ont proposé d'introduire un coefficient α qui prendra en compte l'existence de bourrelet :

$$h_c = \alpha \left(h - \frac{F_{\max}}{S} \right) \quad (3.12)$$

Actuellement, on peut affirmer que l'indentation instrumentée est bien adaptée pour la détermination du module d'élasticité d'un matériau de comportement élasto-plastique.

2.2.2 Détermination de la courbe d'écrouissage par indentation

Les travaux dédiées à la détermination des propriétés « elasto-plastiques » par indentation supposent, dans la majorité des cas, que la loi d'écrouissage du matériau est définie par la loi de Hollomon:

$$\begin{cases} \sigma = E\varepsilon & \text{si } \sigma < \sigma_y \\ \sigma = \sigma_y^{1-n} E^n \varepsilon^n & \text{si } \sigma \geq \sigma_y \end{cases} \quad (3.13)$$

Où E est le module d'élasticité, σ_y et n sont les paramètres matériaux. L'identification de la courbe d'écrouissage par indentation a été initiée par Tabor [78]. Bien que le champ de contrainte et de déformation sous l'indenteur soient très hétérogènes, Tabor a supposé que pendant un régime qu'il a qualifié de « régime purement plastique », la pression moyenne d'indentation est proportionnelle à la contrainte représentative :

$$p_m = \frac{F}{\pi a_c^2} \propto \sigma_R \quad (3.14)$$

Où a_c est le rayon de contact. Ici, le coefficient de proportionnalité est noté C_F , appelé facteur de confinement, $C_F = 2,8$ dans les premiers travaux de Tabor. C'était aussi dans le but de trouver un lien entre grandeur d'indentation et contrainte d'écoulement que la notion de déformation représentative a été évoquée pour la première fois.

2.2.2.1 Notion de déformation représentative

Le terme « déformation représentative » est beaucoup utilisée dans le cadre de l'étude de l'essai d'indentation. Cependant, jusqu'à présent, aucune définition normalisée n'a été établie par la communauté scientifique travaillant sur le sujet.

Partant du postulat de Tabor, de nombreux travaux ont porté sur l'ajustement du coefficient de confinement. On peut citer Johnson [92] qui a développé un modèle d'expansion de la cavité creuse pour établir une formulation de C_F en indentation conique lorsque le régime n'est pas purement plastique. En 1994, Sundararajan et al. [93] ont montré que la valeur de C_F n'est pas

toujours égale à 2.8 dans le « régime purement plastique ». Ils ont montré que ce coefficient est exprimé en fonction des paramètres de la loi de Hollomon et défini par :

$$\begin{cases} \psi_C = \frac{6}{2+n} \left(\frac{\sigma_y^{1-n} E^n}{900} \right)^{\frac{n}{2}} 1,415^n & \text{pour } \sigma_y^{1-n} E^n < 900 \text{ MPa} \\ \psi_C = \frac{6}{2+n} 1,415^n & \text{pour } \sigma_y^{1-n} E^n \geq 900 \text{ MPa} \end{cases} \quad (3.15)$$

Jusqu'ici, la déformation représentative est définie à partir de la pression moyenne d'indentation. Or, l'estimation de cette grandeur est aussi problématique du fait qu'elle est exprimée en fonction du rayon de contact. En restant dans le raisonnement de base mais cette fois-ci en utilisant une autre grandeur d'indentation qui est la courbe force déplacement, Dao et al. [94] ont proposé une nouvelle formulation reliant l'effort d'indentation et la contrainte représentative en indentation conique. Ils ont utilisé le Π -théorème [95] qui par définition stipule qu'une fonction de i variables peut être réduite en une fonction $i-n$ variables adimensionnelles où n est le nombre d'unités fondamentales, et ils ont déduit que :

$$F = \sigma_R h^2 \Pi \left(\frac{E^*}{\sigma_R}, n \right) \quad (3.16)$$

Dao et al. ont montré que la fonction Π dans l'équation (3.16) ne dépend pas de n , lorsque la déformation représentative est fixée égale à 3,3 %. Plus tard, Cao et al. [96] ont appliqué les raisonnements de Dao et al. pour le cas d'un indenteur sphérique et ont proposé une expression de la déformation représentative, dans le cas où le rapport $\frac{h}{R}$ varie de 0,01 à 0,1, définie par :

$$\varepsilon_R = 0,00939 + 0,435 \frac{h}{R} - 1,106 \left(\frac{h}{R} \right)^2 \quad (3.17)$$

En 2005, Zhao et al. [97] ont montré que la déformation représentative ne peut pas être définie comme une fonction indépendante du coefficient d'écrouissage n pour être applicable à une large gamme de matériaux. D'autres travaux [98-101] ont suivi ces études pionnières pour apporter des améliorations dans la formulation de la déformation représentative sans donner une définition physique précise de cette grandeur.

En 2012, en s'appuyant sur la variation de la fonction objective qui définit l'écart entre une courbe de référence et une courbe calculée dans l'espace σ_y et n et sur le postulat qui stipule que tous les jeux de paramètres σ_y et n qui donnent les mêmes courbes d'indentation conique se croisent au niveau d'un point qui est la déformation représentative (Figure 46), Moussa et al. [102] ont proposé une nouvelle définition de la déformation représentative, en indentation sphérique, associée aux grandeurs mesurées et aux formulations mathématiques de la loi de comportement utilisée.

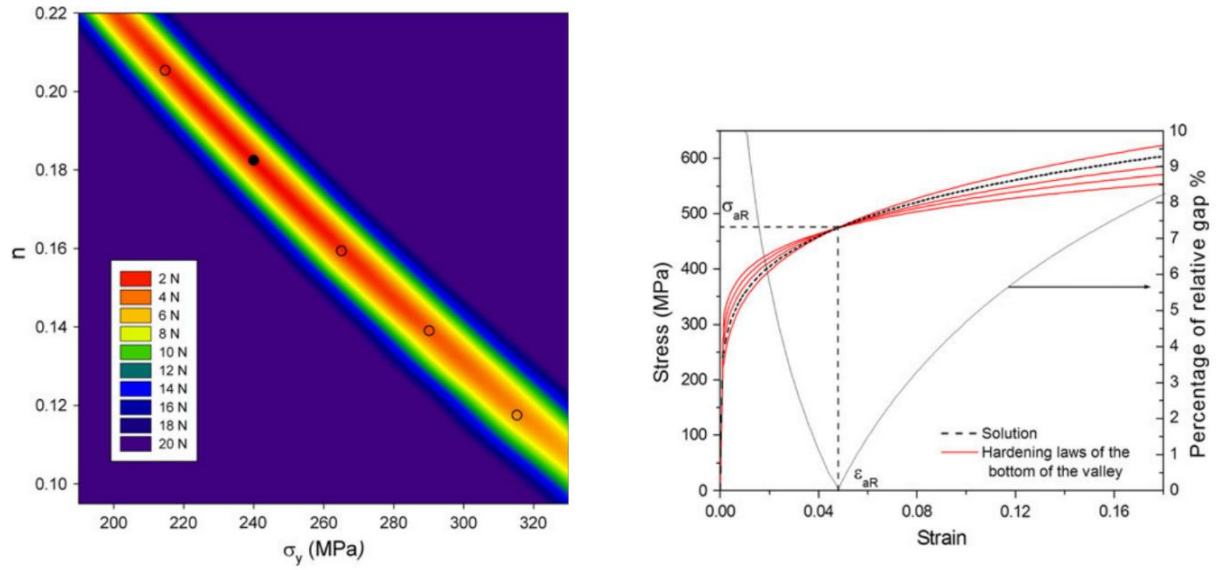


Figure 46: (a) Variation de la fonction objective dans l'espace σ_y et n , les cercles représentent le fond de la vallée – (b) Courbe d'écrouissage : en rouge obtenue à partir des jeux de paramètres représentés par les cercles vides et en noir obtenue à partir du jeu de paramètres de référence représenté par le point noir dans la figure 46-a [102]

Dans ces travaux Moussa et al. ont défini la « déformation représentative moyenne » comme une fonction dépendante de la forme de la fonction objective choisie et des paramètres σ_y et n de la loi d'écrouissage. En utilisant l'équation (3.13) et le fait que les jeux de paramètres au fond de la vallée donnent des courbes d'écrouissage qui se croisent en un point dont les coordonnées sont définies par la déformation représentative moyenne et la contrainte représentative moyenne, Moussa et al. ont suggéré la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{\sigma_R}{E}\right) = (1-n)\ln\left(\frac{\sigma_y}{E}\right) + n \ln \epsilon_{RM} \quad (3.18)$$

Dans l'espace σ_y et n , le fond de la vallée, qui représente les jeux de paramètres donnant des courbes d'indentation proches, est légèrement incurvé (Figure 46-a). Ce qui a amené l'auteur à faire un changement de repère et à travailler dans le repère k et n avec $k = (1 - n) \ln \left(\frac{\sigma_y}{E} \right)$ où le fond de la vallée est cette fois-ci est linéaire (Figure 47). Et l'équation (3.18) devient alors :

$$n = -\frac{1}{\ln \varepsilon_{RM}} k + \frac{\ln \left(\frac{\sigma_{RM}}{E} \right)}{\ln \varepsilon_{RM}} \quad (3.19)$$

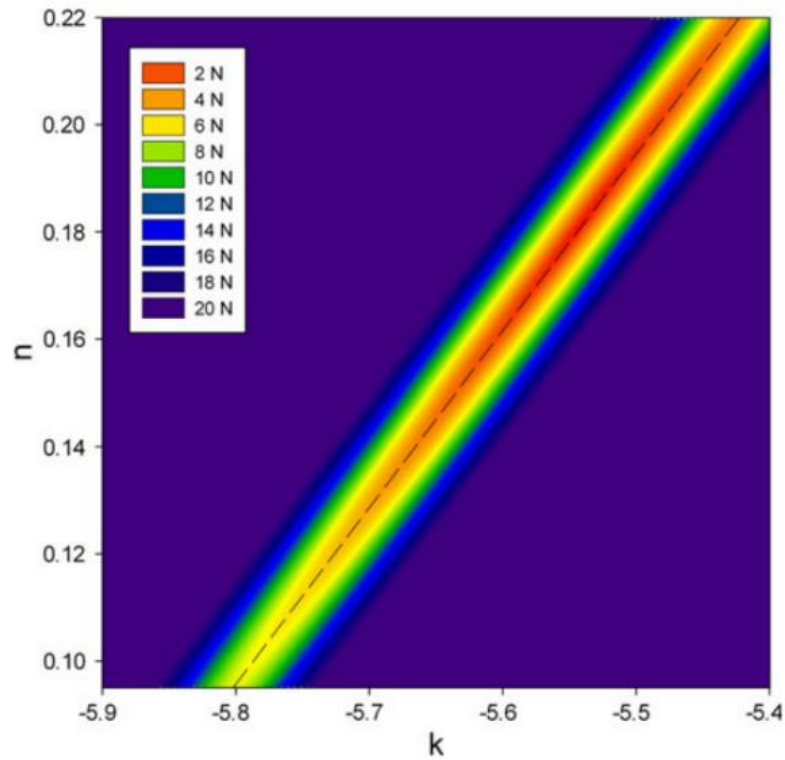


Figure 47: Variation de la fonction objective dans le repère k et n [102]

L'équation 2.19 représente l'équation du fond de la vallée donc de l'ensemble des paramètres donnant les mêmes courbes d'indentation. Ainsi, Moussa et al. ont proposé, à partir de l'équation 2.19, que la déformation représentative moyenne est définie par la pente du fond de la vallée et est égale à :

$$\varepsilon_{RM} = \exp \left(-\frac{1}{\tan \theta_{RM}} \right) \quad (3.20)$$

La déformation représentative moyenne définie dans les travaux de Moussa et al. dépend de la grandeur mesurée en indentation (dans le cas précédent c'est l'effort F et la pénétration h) et aussi de la définition de la fonction coût. Cette déformation représentative moyenne est représentative de toute la courbe d'indentation et la déformation représentative peut être calculée pour une valeur de pénétration donnée.

2.2.2.2 Modèles reliant paramètres d'indentation et paramètres de loi de comportement

De nombreux travaux ont proposé d'établir des modèles qui relient directement les paramètres mesurés en indentation et les paramètres de la loi de comportement du matériau. On peut citer, Nayebe et al. [103] qui ont proposé un modèle, valable pour un indenteur sphérique de diamètre $1,5875 \text{ mm}$ et pour des gammes d'aciers appartenant à ($400 \text{ MPa} < \sigma_y < 1,2 \text{ GPa}$ et $0,0 < n < 0,4$), défini par :

$$F = Ah^B \quad (3.21)$$

$$\text{où} \begin{cases} A = (-3294 + 22170 \sigma_y^{0,8}) \exp(2,9 n \sigma_y^{-0,323}) \\ B = (0,609 - 0,151 \sigma_y) n + 0,09 \sigma_y + 0,975 \end{cases}$$

Plus tard, Collin et al. [104] ont proposé une autre formulation, valable pour un indenteur sphérique et pour des matériaux dont la limite élastique varie entre 150 MPa et 3000 MPa et le coefficient d'écrouissage n varie entre 0,02 et 0,4, définie par :

$$\frac{F}{E^* R^2} = \left(\frac{h}{R} \right)^A \exp(-B) \quad (3.22)$$

$$\text{Où} \begin{cases} A = \frac{0,93 + 290,65 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right) - 23408,85 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right)^2 + 546404,43 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right)^3 + 3,11 n + 0,77 n^2}{1 + 194,49 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right) - 17101,85 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right)^2 + 407006,05 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right)^3 + 2,1684 n} \\ B = \frac{5,30 + 81,12 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right) - 21284,04 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right)^2 + 381357,70 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right)^3 - 8,34 n - 1,81 n^2}{1 + 437,16 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right) - 9993,45 \left(\frac{\sigma_y}{E^*} \right)^2 + 0,34 n - 3,43 n^2} \end{cases}$$

2.2.2.3 *Synthèse sur les différentes approches*

A la lumière de toutes ces connaissances bibliographiques, on peut soulever plusieurs points importants concernant la caractérisation mécanique par indentation des matériaux « elasto-plastiques » :

- (i) Tous ces travaux effectués sur la déformation représentative peuvent être regroupés selon les grandeurs d'indentation qu'ils utilisent. Ce qui a permis à Hernot et al. [105] d'affirmer qu'il existe deux déformations représentatives. Une déformation représentative définie à partir de la pression moyenne d'indentation et une déformation représentative définie à partir de la courbe force-déplacement d'indentation. Dans notre étude, nous avons choisi de considérer la courbe force-déplacement comme paramètres d'indentation.
- (ii) Bien que la définition de la déformation représentative ne soit pas encore universelle à l'heure actuelle, l'exploitation des courbes d'indentation utilisant cette notion de déformation représentative semble plus rigoureuse et générale que celle utilisant des modèles d'indentation, définis pour une gamme restreinte de matériaux et pour des conditions d'essai qui doivent satisfaire les hypothèses posées durant l'élaboration du modèle.
- (iii) La relation (3.16) proposée par Dao et al. montre que lors d'un essai d'indentation conique sur un matériau élasto-plastique, l'effort est proportionnel au carré de la pénétration pendant le chargement. Ce postulat a été confirmé par plusieurs auteurs [91, 106]. Cette particularité implique la non unicité de la solution (figure 48) lors de l'identification par analyse inverse sur une courbe d'indentation conique [107].

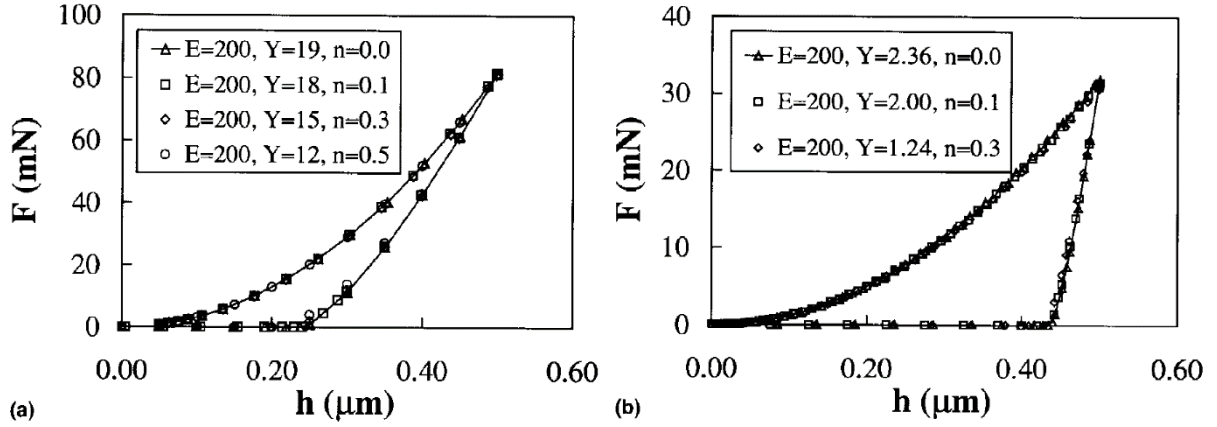


Figure 48: Exemple montrant la non-unicité de la solution en indentation conique (a) dans le cas où le rapport $\frac{\sigma_y}{E}$ est élevée – (b) dans le cas où le rapport $\frac{\sigma_y}{E}$ est faible [107]

- (iv) L'utilisation de plusieurs angles de cône permet d'enrichir la base expérimentale et de s'affranchir de ce problème d'unicité. L'information obtenue à partir de plusieurs angles de cône équivaut à l'utilisation d'un indenteur sphérique dans le cas d'un matériau élasto-plastique (Figure 49) [108].

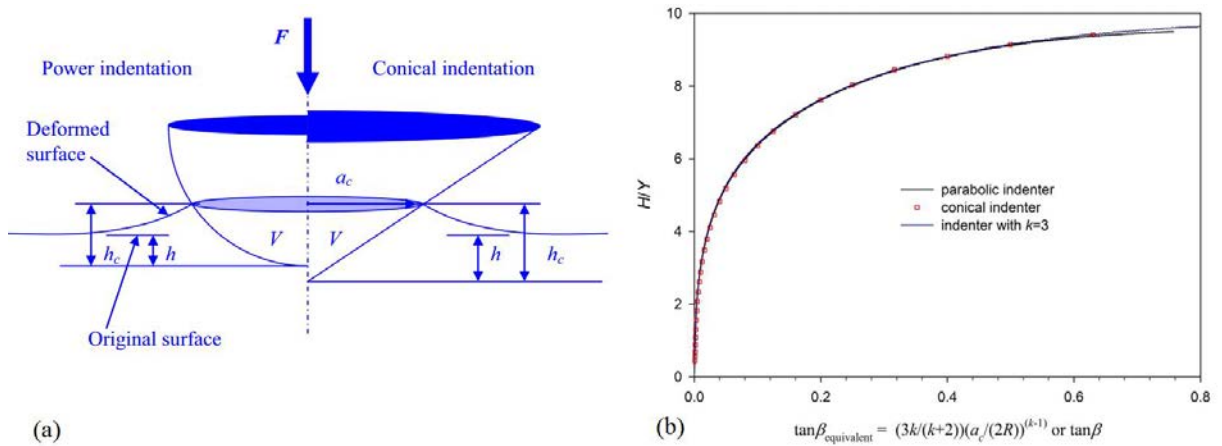


Figure 49: (a) Représentation schématique des grandeurs d'indentation pour 2 types de géométries d'indenteur – (b) Dureté en fonction de $\tan(\beta_{\text{équivalent}})$, montrant qu'il y a équivalence entre les grandeurs d'indentation obtenues à partir de deux géométries différentes (Indenteur conique, $k = 2$ (paraboloïde) et $k=3$) [108]

2.3 Caractérisation mécanique des matériaux sensibles à la vitesse de déformation par indentation

Si le cas de l'indentation sur les matériaux élastoplastiques a été très étudié, il n'y a pas beaucoup de travaux qui sont dédiés à l'étude des matériaux dont le comportement dépend du

temps et de la vitesse de déformation. Pour ces derniers, le problème lié à l'indentation se complique encore d'avantage puisque en plus de l'hétérogénéité du champ de contrainte et de déformation sous l'indenteur, la vitesse de déformation n'est pas non plus homogène dans le matériau et engendre aussi au moins un autre paramètre supplémentaire à identifier.

2.3.1 Détermination du module d'élasticité des polymères par indentation

Comme évoqué dans le paragraphe 2.2.1, la détermination du module d'élasticité par indentation d'un matériau élastoplastique se fait à partir de la courbe de déchargement d'indentation. Cependant, la méthode utilisée pour les matériaux elasto-plastiques ne s'applique plus pour les matériaux polymères puisqu'au début du déchargement l'indenteur continue à s'enfoncer dans la matière à cause du fluage. Pour résoudre ce problème, Hochstetter et al. ont étudié l'influence de l'histoire de chargement subit par le polymère sur le calcul de la raideur de contact S lors d'un essai de nanoindentation. Ils ont conclu qu'un maintien de charge suivi d'une vitesse de déchargement importante est nécessaire pour que les conditions de décharge élastique soient satisfaites (Figure 50).

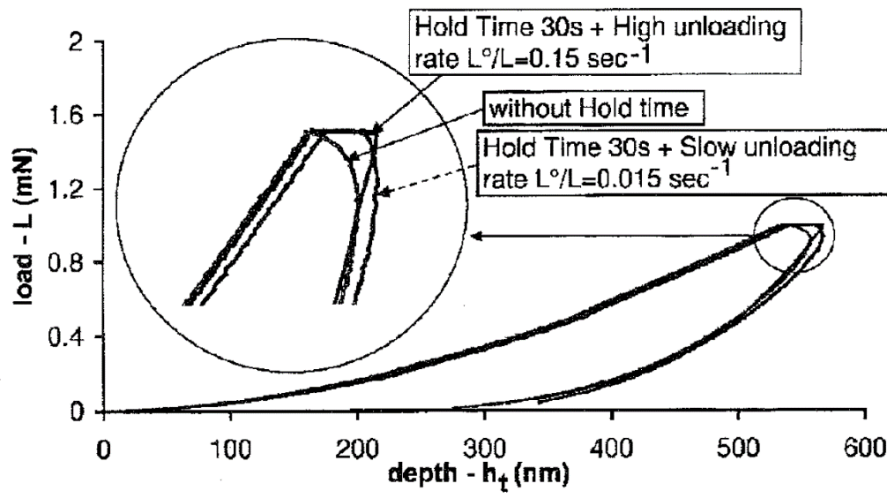


Figure 50: Influence de l'histoire du chargement sur la courbe de déchargement d'indentation pour le CR39 [109]

Hochstetter et al. ont alors défini un enfoncement plastique h_p (différent de h_c) par :

$$h_p = h_t - \frac{F}{S} \quad (3.23)$$

Où h_t est la pénétration totale et S la raideur de contact. En utilisant la proposition de Loubet et al. [110] qui stipule que cet enfoncement plastique doit être additionné à la profondeur

d'émoussement de l'indenteur h_0 et le coefficient α dans la relation 3.12, Hochstetter et al. ont défini la profondeur de contact par :

$$h_c = \alpha(h_p + h_0) \quad (3.24)$$

Avec $\alpha = 1,24$ et h_0 étant déterminé en fittant l'évolution de la raideur de contact, calculé à partir de la pente de déchargement, en fonction de h_p par une droite (Figure 51).

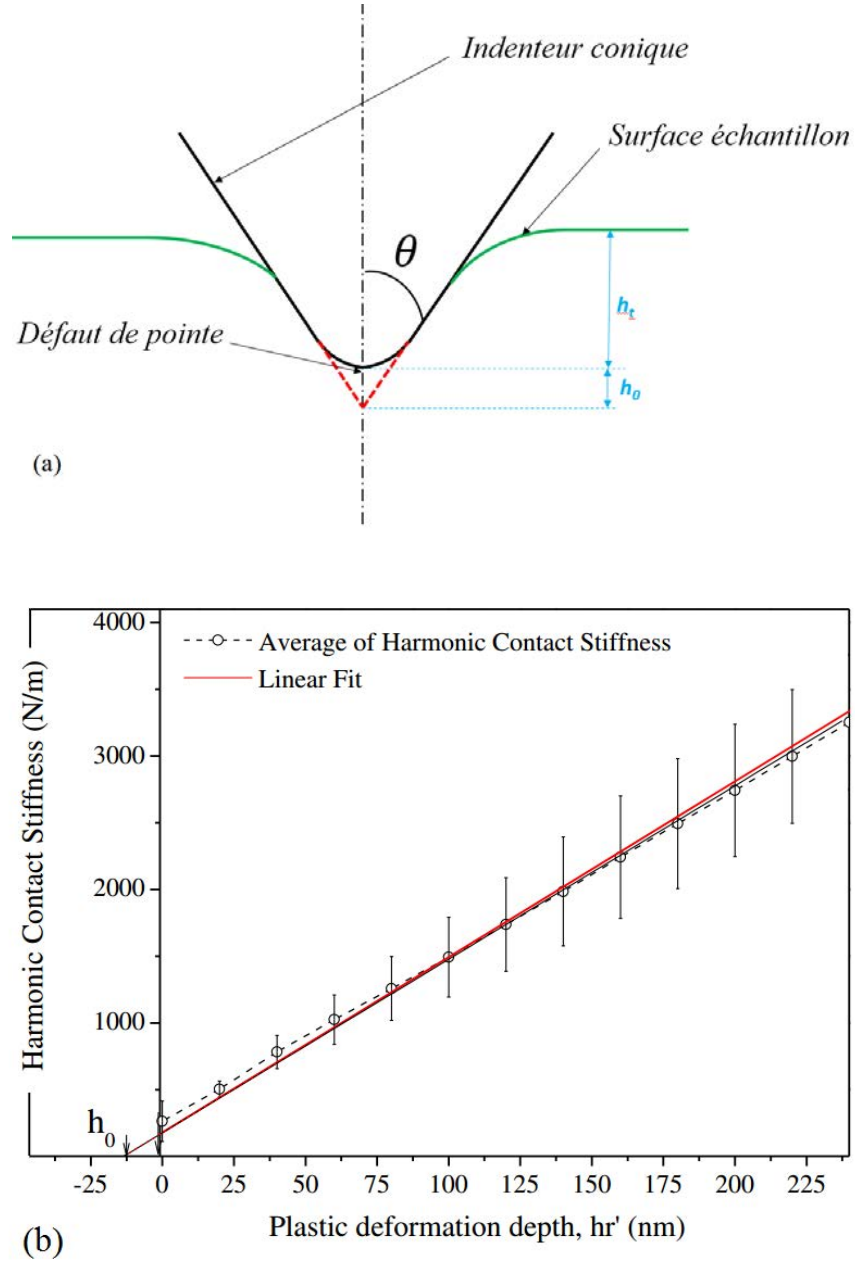


Figure 51: (a) Représentation schématique de l'émoussement de l'indenteur – (b) Calcul de h_0 pour un échantillon de Polystyrène (PS) [111]

L'aire de contact est calculée par la relation suivante :

$$A = \beta \alpha^2 (h_p + h_0)^2 \quad (3.25)$$

Où β est un facteur de forme. Pour un indenteur Berkovich $\beta = 24,56$.

Ainsi en utilisant la relation de BASH, Hochstetter et al. ont déduit le module d'élasticité réduit par :

$$E^* = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi\beta}}{2\alpha\sqrt{\beta}} \quad (3.26)$$

Très récemment en 2013, cette méthode a été appliquée par Paloma et al. [111] dans le but de déterminer le module d'élasticité de plusieurs polymères amorphes et semi-cristallins (figure 52). Les valeurs du module d'élasticité obtenues par nanoindentation à partir du modèle de Loubet et al. semblent proches des valeurs du module d'élasticité obtenues par DMA (Dynamic Mechanical Analysis).

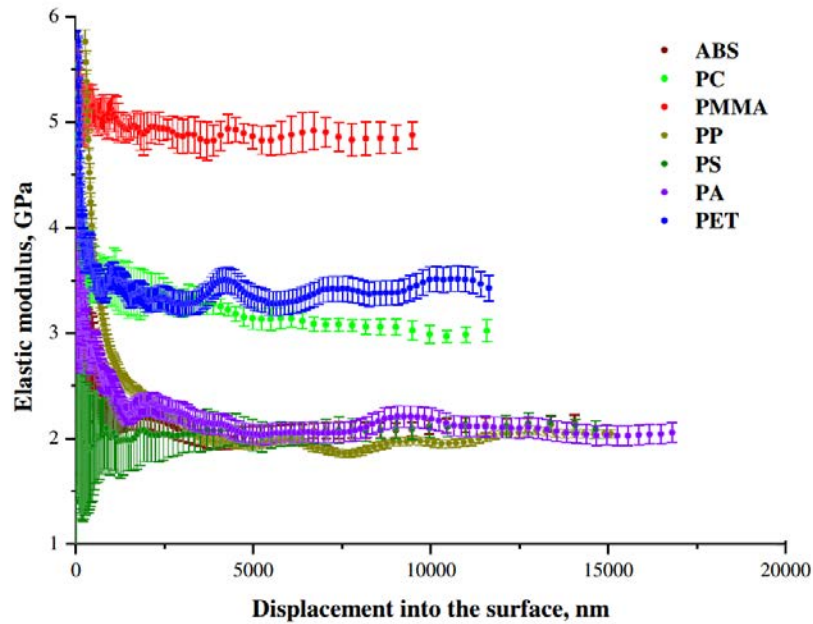


Figure 52: Module l'élasticité E calculée à partir du modèle de Loubet al. pour six polymères amorphes et semi-cristallins : l'Acrylonitrile Butadiène Styène (ABS), le Polycarbonate (PC), le Poly(méthyl méthacrylate) (PMMA), le Polypropylène (PP), le Polystyrène (PS), le Polyamide 6 (PA6) et le Polyéthylène téréphtalate amorphe (PET) [111]

2.3.2 Vitesse de déformation représentative par indentation

Dans le but d'étudier la sensibilité à la vitesse de déformation par indentation, Mayo et Nix [112] ont proposé de définir la vitesse de déformation en indentation, pour un indenteur Berkovich, par la relation:

$$\dot{\varepsilon}_i = \frac{\dot{h}}{h} = \left(\frac{1}{h} \right) \left(\frac{dh}{dt} \right) \quad (3.27)$$

En se basant sur cette proposition, Lucas et al. [113] ont essayé de chercher une démarche pour avoir un champ de vitesse de déformation similaire quel que soit l'enfoncement d'un indenteur pyramidale. Ils ont conclu que pour que le champ de déformation ou de vitesse de déformation soit homothétiques, l'essai doit être piloté en respectant la condition $\frac{\dot{h}}{h}$ constante. Lucas et al. ont montré que le pilotage exponentiel, c'est-à-dire, lorsque le déplacement de l'indenteur est caractérisé par un rapport $\frac{\dot{h}}{h}$ égale constant, permet d'obtenir un champ de vitesse de déformation homothétique pour ces types d'indenteur et selon eux, la vitesse de déformation en indentation est donc définie par $\frac{\dot{h}}{h}$.

En 2001, Bucaille et al. [114] ont montré numériquement que si le pilotage avec $\frac{\dot{h}}{h}$ constante est respecté alors le champ de vitesse de déformation est similaire quelle que soit la pénétration (Figure 53).

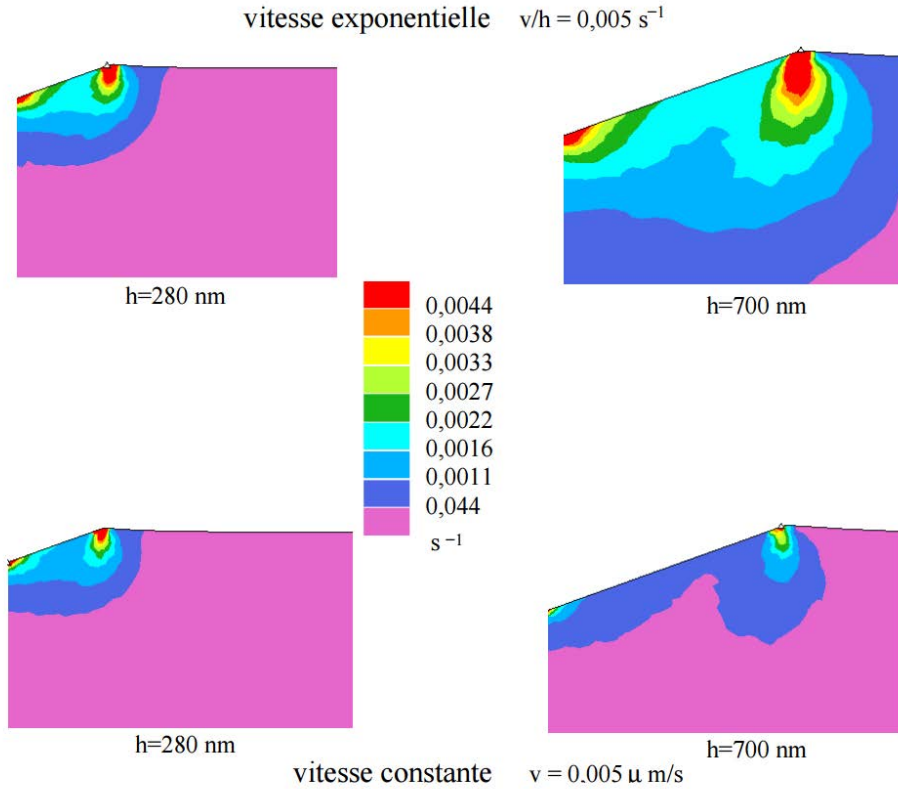


Figure 53: Cartographie du champ de vitesse de déformation, en haut : pour un pilotage $\frac{\dot{h}}{h}$ constant – en bas : Pilotage à vitesse de pénétration constante [114]

Les mêmes auteurs ont alors essayé d'étendre cette expression pour définir une vitesse de déformation moyenne. Pour les indenteurs coniques de révolution, ils ont proposé l'expression suivante :

$$\dot{\varepsilon}_R = 0,6(\tan \theta)^{-1} \frac{\dot{h}}{h} \quad (3.28)$$

Où θ est le demi-angle de l'indenteur conique.

L'expression précédente vérifie bien la conclusion des travaux de Lucas et al. stipulant que pour approcher une distribution homogène de la vitesse de déformation, le rapport $\frac{\dot{h}}{h}$ doit être constant durant le chargement. Pour les indenteurs sphériques, Bucaille et al. après avoir étudié les cartographies de vitesse de déformation de quatre cinématiques différentes ont conclu que la vitesse de déformation moyenne en indentation sphérique n'est pas proportionnelle au rapport $\frac{\dot{h}}{h}$.

En 2004, Cheng et al. [106] ont étudié le fluage par indentation. Ils ont supposé que le comportement du matériau était défini par la loi puissance suivante :

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad (3.29)$$

Où m et K sont des constantes dépendant du matériau. Dans cette loi, l'effet de l'élasticité est négligé.

En utilisant une analyse aux dimensions, l'effort d'indentation et l'aire de contact peuvent être exprimés par :

$$F = f(K, m, h, \dot{h}, \theta) \quad (3.30)$$

$$A_C = g(K, m, n, h, \dot{h}, \theta) \quad (3.31)$$

En appliquant le Π – *théorème*, il en résulte :

$$F = K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m h^2 \Pi_L(m, \theta) \quad (3.32)$$

$$A_C = h^2 \Pi_A(m, \theta) \quad (3.33)$$

La dureté d'indentation est alors exprimée par :

$$H = \frac{F}{A_C} = K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m \frac{\Pi_L}{\Pi_A} = K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m \Pi_H(m, \theta) \quad (3.34)$$

D'après les Travaux de Cheng et al., on peut remarquer que si $\frac{\dot{h}}{h}$ est constante alors, la dureté est constante et l'effort est proportionnel au carré de l'enfoncement. On se retrouve alors dans les mêmes conditions que pour le cas élasto-plastique. De plus, le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation peut aisément être obtenue par :

$$m_H = m = \frac{\partial \ln H}{\partial \ln \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)} \quad (3.35)$$

En s'appuyant sur les relations analytiques proposées par Cheng et al. , Kermouche et al. [115] ont étudié l'influence de la vitesse de déformation par indentation conique. Dans leur

travail, les auteurs ont supposé que le comportement du matériau suivait une loi elasto-viscoplastique définie par la loi de Bingham-Norton [116]:

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{p} = \left[\frac{\left\langle \sqrt{\frac{3}{2}} \tilde{s} : \tilde{s} - \sigma_y \right\rangle}{K} \right]^{\frac{1}{m}} \\ \dot{\varepsilon}_{ij}^P = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\partial \left(\sqrt{\frac{3}{2}} \tilde{s} : \tilde{s} - \sigma_y \right)}{\partial \sigma_{ij}} \end{array} \right. \quad (3.36)$$

Où $\tilde{\varepsilon} = \tilde{\varepsilon}_e + \tilde{\varepsilon}_p$ et $\tilde{s} = \tilde{\sigma} - \frac{1}{3} tr(\tilde{\sigma}) \tilde{I}$ est le déviateur du tenseur des contraintes et où K et m

sont les paramètres matériaux. Pour des faibles valeurs de $\frac{\dot{h}}{h}$, Kermouche et al. ont conclu que

pour des faibles valeurs de $\frac{\dot{h}}{h}$, la distribution de la pression sous l'indenteur dans le cas d'un matériau élasto-viscoplastique correspond à la distribution de la pression sur un matériau élastique-plastique et pour des valeurs élevées de $\frac{\dot{h}}{h}$, la distribution de la pression correspond à celle du cas élastique.

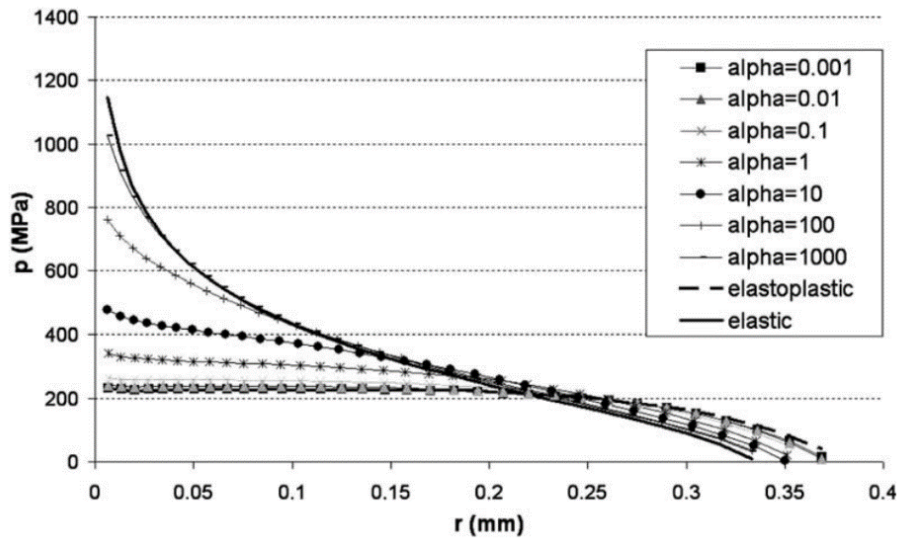


Figure 54: Distribution de la pression de contact pour différente valeur de $\alpha = \frac{\dot{h}}{h}$ [115]

Ils ont conclu que la pression est comprise entre deux valeurs, p_m^{el} et p_m^{ep} , qui sont respectivement la valeur de la pression lorsqu'on indente un matériau élastique linéaire et la valeur dans le cas d'un matériau élastique-plastique. Ainsi, Kermouche et al. ont proposé une formulation (équation 3.37) pour modéliser la pression moyenne lors d'un essai d'indentation sur un matériau elasto-viscoplastique.

$$p_m = (p_m^{el} - p_m^{ep}) f_t \left(K, E, m, \frac{\dot{h}}{h}, \theta \right) + p_m^{ep} \quad (3.37)$$

Où f_t représente la transition entre le cas « élastique » et le cas « elasto-plastique ». A partir de plusieurs simulations numériques dans le but d'étudier l'influence des différents paramètres de la loi de Bingham-Norton sur la fonction de transition, l'auteur a remarqué que la limite d'élasticité σ_y n'a pas d'influence sur la pression moyenne d'indentation (figure 55).

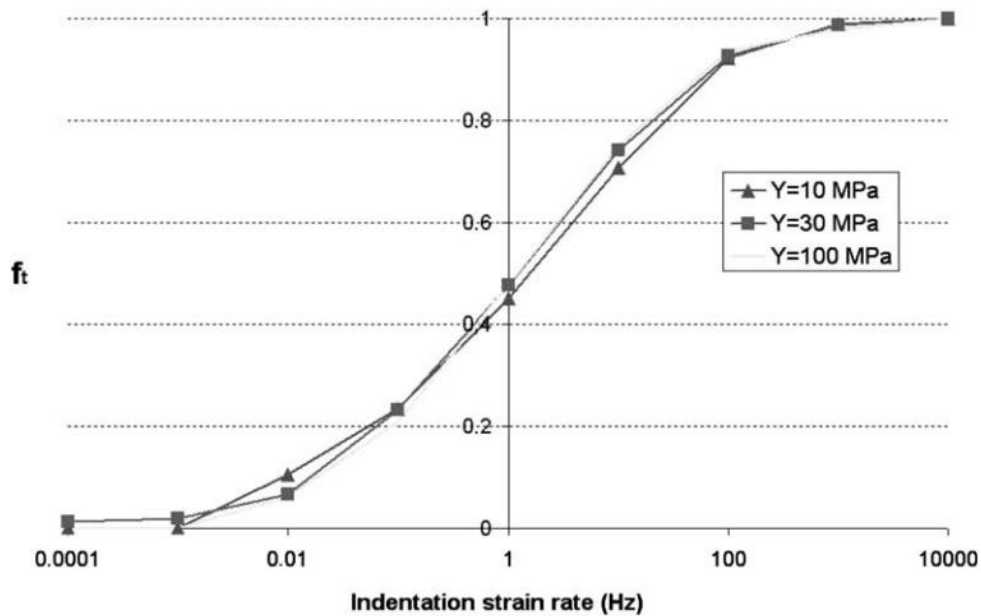


Figure 55: Variation de la fonction de transition définie par Kermouche et al. pour différentes valeurs de la limite élastique σ_y avec $K = 100 \text{ MPa.s}^m$, $E = 2400 \text{ MPa}$ et $m = 0.4$ [115]

Finalement, Kermouche et al. ont proposé une expression de la fonction de transition définie par :

$$f_t\left(K, E, m, \frac{\dot{h}}{h}, \theta\right) = \frac{f_1(K, E, m, \theta) \left(\frac{\dot{h}}{h}\right)^m}{1 + f_1(K, E, m, \theta) \left(\frac{\dot{h}}{h}\right)^m} \quad (3.38)$$

Avec $f_1(K, E, m, \theta) = f_2(m, \theta) \frac{K}{E}$ et $f_2(m, \theta) = 2(1 - \nu^2) \tan \theta \Pi_\delta(m, \theta)$.

Les mêmes auteurs [117] ont alors défini une vitesse de déformation représentative pour un indenteur conique. En supposant que la proposition de Tabor sur la contrainte représentative est respectée, la vitesse de déformation représentative est donnée par :

$$\dot{\varepsilon}_R = \left(\frac{\Pi_\delta(m, \theta)}{\gamma_P} \right)^{\frac{1}{m}} \frac{\dot{h}}{h} \quad (3.39)$$

Où γ_P est un coefficient qui ne dépend que du demi-angle θ de l'indenteur et en utilisant l'expression de la fonction Π_δ proposée par les mêmes auteurs dans des travaux précédents [115], la vitesse de déformation est approximativement égale à :

$$\dot{\varepsilon}_R \approx \frac{\xi_2(m)}{\tan \theta} \frac{\dot{h}}{h} \quad (3.40)$$

Où $\xi_2(m)$ est une fonction de la sensibilité à la vitesse de déformation m . Ce résultat montre que la vitesse de déformation dépend alors de l'angle θ . Après des simulations numériques avec différentes valeurs de m et pour $\chi = \tan \beta \frac{\dot{h}}{h}$ est comprise entre $0,02 \text{ s}^{-1}$ et 60 s^{-1} , ils ont proposé d'exprimer la fonction $\xi_2(m)$ par une loi exponentielle :

$$\xi_2(m) = 0,4 \exp\left(\frac{0,2}{m}\right) \quad (3.41)$$

Ce modèle a été utilisé pour déterminer les paramètres de la loi de G'sell-Jonas [59] à partir des essais de nano-indentation sur des échantillons de Poly(méthyl méthacrylate) (PMMA), des échantillons de polystyrène (PS) et de polycarbonate (PC) à la température ambiante.

2.4 Fluage par indentation

En 1993, Bower et al. [118] ont établi une étude théorique dans le but d'interpréter la réponse en fluage par indentation en supposant que la loi de comportement du matériau est défini par la relation 3.29 et que le comportement du matériau est indépendant de l'histoire de déformation. Ainsi, Bower et al. ont proposé une relation analytique reliant les paramètres d'indentation et les paramètres de la relation 3.29 :

$$\frac{\dot{h}}{h} = \frac{1}{K} \frac{\tan \theta}{F^{\frac{1}{m}} c^{\frac{2}{m}-1}} \left(\frac{P}{\pi h^2 \tan^2 \theta} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (3.42)$$

$$\text{Avec } c = \frac{h_c}{h}.$$

Dans l'équation 3.42, h_c est la profondeur de contact (voir figure 49-a) et P , une fonction adimensionnelle. Bower et al. ont montré que P et c dépendent uniquement du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m en proposant une relation similaire à 3.32 :

$$\dot{\varepsilon}_i = \frac{\dot{h}}{h} = \kappa (p_m)^M \quad (3.43)$$

Où κ et M sont des paramètres matériaux et p_m , la pression moyenne d'indentation, Bower et al. ont montré que $M = m$.

En 2004, Cheng et al. [106] ont proposé une relation similaire à celle de Bower et al. pour un matériau rigide viscoplastique en intégrant la relation 2.x, ils ont abouti à :

$$h(t) = \left(\frac{2}{m} \right)^{\frac{m}{2}} (K \Pi_L)^{-\frac{1}{2}} \left[\int_0^t F^{\frac{1}{m}}(t) dt \right]^{\frac{m}{2}} \quad (3.44)$$

avec $h(0)=0$ comme condition initiale. L'intégrale de l'effort de θ à t traduit l'influence de l'histoire de chargement. D'après la relation (3.44), une courbe de chargement suivi d'un palier de maintien de charge suffit pour déterminer analytiquement les paramètres de fluage du matériau pour un matériau rigide viscoplastique défini par la relation (3.29).

Jusqu'ici, le fluage par indentation ne concerne que les matériaux rigides viscoplastiques et dans le cas d'un indenteur conique. En 2006, Elmustafa et al. [119] ont effectué une étude sur l'influence de la déformation élastique sur la détermination du coefficient de sensibilité à la

vitesse de déformation. Une année plus tard, une étude similaire a été faite par Alkorta et al. [120], ils ont montré que la partie élastique influe énormément sur la réponse en indentation des matériaux, notamment dans la valeur du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation. Ainsi, tout ce qui a été effectué auparavant n'est plus valable pour déterminer les paramètres de fluage d'un matériau qui présente une déformation élastique non négligeable. Alkorta et al. , en s'inspirant de leurs travaux antérieurs effectués sur l'indentation des matériaux elasto-plastiques [121], ont proposé que :

$$\Pi_W = \frac{W_{el}}{W_{pl}} = \frac{K}{2 \varepsilon_R} \frac{\dot{\varepsilon}_R^m}{E^*} = \frac{K}{2 \varepsilon_R} \frac{\left(\alpha' \frac{\dot{h}}{h} \right)^m}{E^*} \quad (3.45)$$

Où, W_{el} , représente le travail élastique (aire sous la courbe de déchargement), W_{pl} , le travail plastique (aire totale sous la courbe de chargement moins l'aire sous la courbe de déchargement) et α' est le coefficient de proportionnalité entre la vitesse de déformation représentative et le rapport $\frac{\dot{h}}{h}$. Ainsi, le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation calculé à partir de la relation (3.35) est égal à:

$$m_H = \frac{\partial \ln H}{\partial \ln \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)} = m \left[1 - \frac{\Pi_W}{1 + \Pi_W} + \frac{\lambda \Pi_W}{1 + \lambda \Pi_W} - \frac{\lambda c_{el} \Pi_W}{c_{rig} + \lambda c_{el} \Pi_W} \right] \quad (3.46)$$

Où λ est un coefficient de proportionnalité constant ($\lambda \approx 2$ à $2,5$ [122]), $c_{rig}(m) = \frac{h_c^{rig}}{h^{rig}}$, est le facteur de forme correspond au cas rigide viscoplastique dont la valeur a été évalué par Bower et al. [118] et $c_{el} = \frac{h_c^{el}}{h^{el}}$ est le facteur de forme correspondant au cas purement élastique ($c_{el} = 0,636$ [123]). Cependant, la dureté est difficile à évaluer voire même impossible pour un matériau qui présente du fluage, ceci a été confirmé par Fujisawa et al. [124]. Alkorta et al. ont alors utilisé la dureté apparente H_{ap} (dureté calculée en supposant que le matériau ne présente ni bourrelet ni affaissement) et par conséquent, le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m peut être évalué par la relation suivante :

$$\frac{m_{H_{ap}}}{m} = 1 - \left[\lambda \left(1 - \frac{c_{el}}{c_{rig}} \right) + 1 \right] \left(\frac{H_{ap}}{A c_{rig} E^*} \right) + 0 \left(\frac{H_{ap}^2}{E_r^2} \right) \quad (3.47)$$

Où $A = \frac{\gamma}{\pi \tan \theta} \frac{2(1+b)}{3b}$, avec γ étant un coefficient de correction dans l'équation de Sneddon [123] et b étant l'exposant de la courbe de décharge.

Pour terminer, Alkorta et al. ont affirmé que la relation 3.47 est valide sous condition que la relation 3.45 soit vérifiée. Ainsi, à partir de plusieurs calculs numériques, ils ont déduit que :

$$\frac{m_{H_{ap}}}{m} = 1 - \beta \left(\frac{H_{ap}}{E^*} \right) \quad (3.48)$$

Avec $\beta \in [11,4 ; 12,3]$ pour $m \in [0,0 ; 0,4]$.

Les résultats de Alkorta et al. (Figure 56) montrent bien que l'élasticité a une influence majeure dans l'évaluation de la sensibilité à la vitesse de déformation. Cependant, la relation

(3.50) donne de mauvais résultats lorsque le rapport $\frac{H_{app}}{E^*}$ est supérieur à 0,001.

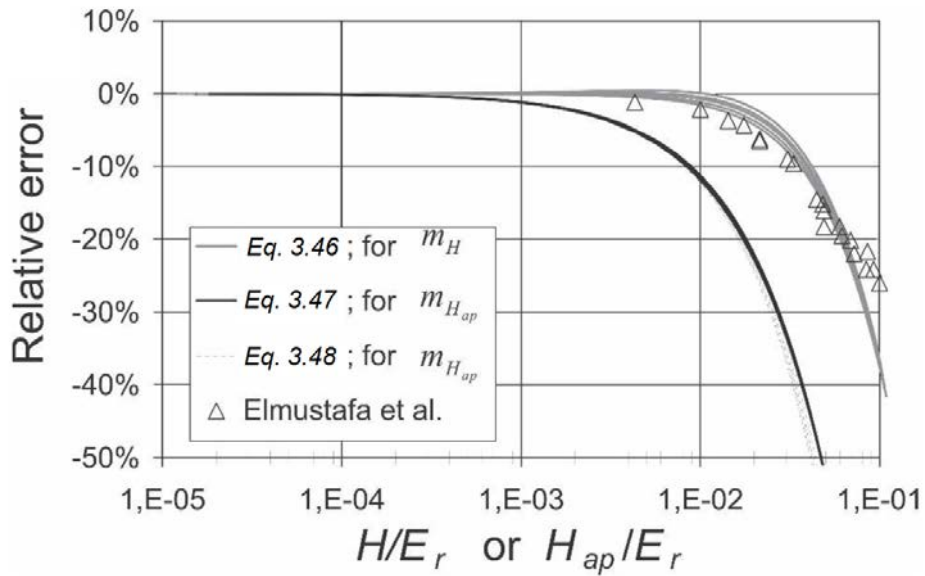


Figure 56: Différence relative dans l'évaluation du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m en utilisant l'équation 3.46, l'équation 3.47 et l'équation 3.48. Les résultats ont été comparés avec les résultats de Elmustafa et al. [119]

En 2010, Stone et al. [125] ont effectué une étude sur le fluage par indentation sur le palier de maintien de charge. Selon Stone, la variation du rapport $\frac{m_H}{m}$ est indépendante de l'exposant d'écrouissage, de l'exposant de sensibilité à la vitesse de déformation et du frottement (figure 57).

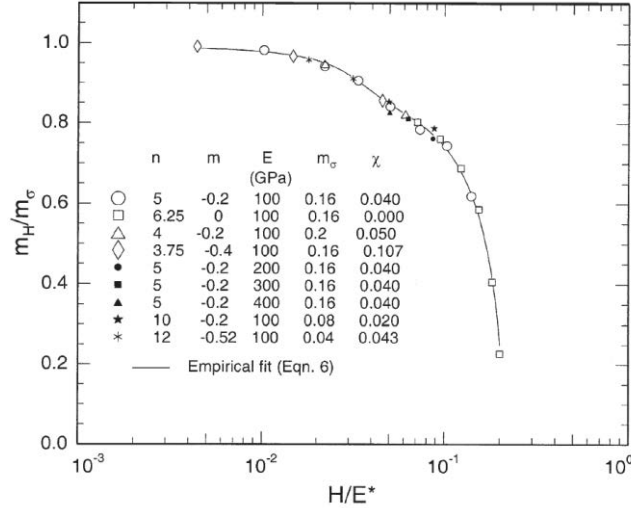


Figure 57: Influence du module d'élasticité, de l'exposant d'écrouissage, de l'exposant de sensibilité à la vitesse de déformation et du frottement sur l'estimation du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m [125]

Cette tendance est due au facteur de confinement C_F (voir équation (3.14)) qui, toujours selon toujours l'auteur, n'est pas constant mais dépend du rapport entre la contrainte représentative et le module d'élasticité réduit.

De plus, l'auteur a constaté que la dureté mesurée varie lors de l'essai de fluage par indentation. Cette variation, selon lui, est liée à la variation du facteur de confinement. Donc l'astuce pour étudier le fluage par indentation, selon Stone et al., propose donc d'étudier le fluage par indentation en étudiant la variation de la dureté à travers la variation du rayon de contact sur le palier.

Très récemment, Su et al. [126] ont étudié l'influence de la déformation élastique sur la réponse en fluage d'un matériau par indentation. Ils se sont basés sur l'étude de Bower et al. et ont essayé de déterminer à partir de quelle valeur de h la partie élastique devient négligeable afin que les relations proposées sur les matériaux rigides viscoplastiques puissent être utilisées. Ainsi, Su et al. ont déduit que lorsque le rapport $\frac{h}{h_{el}}$ (rapport entre la

pénétration totale et la pénétration élastique) est supérieure à 10 (Figure 58), l'influence de l'élasticité devient négligeable. Dans leur travail, Su et al. ont utilisé une relation proposée par Sneddon (relation similaire à la relation (3.5)) pour estimer h_{el} .

Une autre chose très intéressante a été mise en relief par Su et al.. En effet il existe trois modes de pilotage de l'essai d'indentation utilisables pour estimer les paramètres d'indentation : (i) pendant le maintien de charge (ie, $F = Constante$), (ii) pendant le chargement mais avec une vitesse de chargement constante ($\dot{F} = constante$) et (iii) avec un pilotage respectant $\frac{\dot{h}}{h}$.

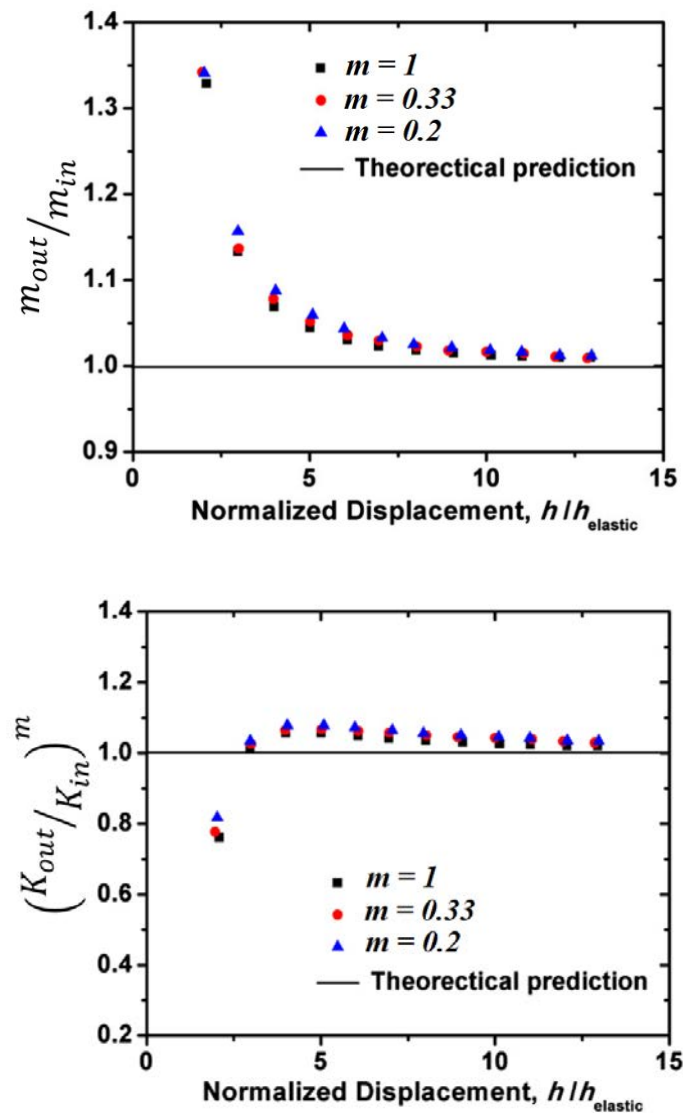


Figure 58: Résultats obtenus par simulations numériques montrant que la partie élastique influe sur les paramètres identifiés par indentation [126]

Les résultats pour les trois pilotages convergent vers une valeur proche de la valeur trouvée en compression sur du Sélénium amorphe (Figure 59).

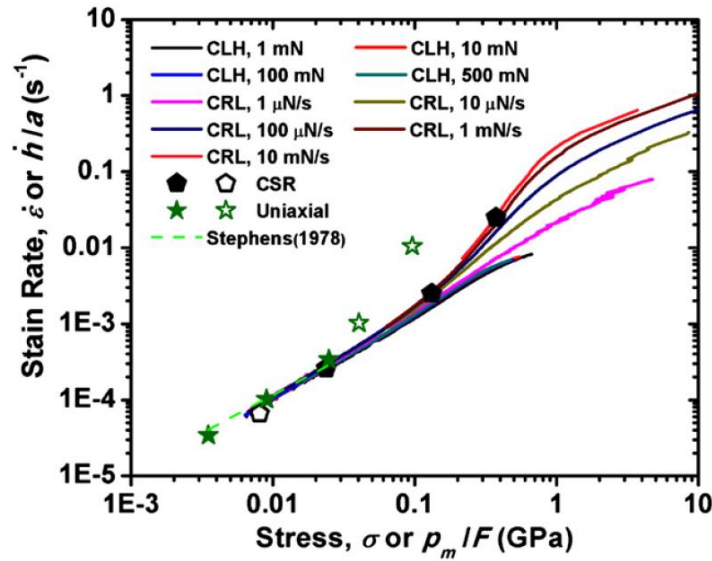


Figure 59: Comparaison de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte déterminée par compression simple et les résultats obtenus par indentation dans les trois modes de pilotage : CLH (Constant Load and Holding) correspond au maintien de charge, CRL (Constant Rate Loading) correspond à une vitesse de chargement constante et CSR

(Constant Strain Rate) correspond à $\frac{\dot{h}}{h}$ constante [126]

3 Conclusion

Comme nous l'avons vu dans ce chapitre, on peut distinguer deux méthodes d'approches pour exploiter les essais d'indentation : il y a d'une part, l'identification inverse qui sans un modèle numérique performant peut conduire à des résultats insensés, et d'autre part, l'identification utilisant des modèles qui relient les grandeurs d'indentation et les paramètres de la loi de comportement du matériau. C'est dans ce dernier groupe que se situe la notion de déformation représentative, utilisée depuis des décennies pour déterminer les paramètres d'écrouissage des matériaux « élasto-plastiques ».

D'après cette synthèse bibliographique, on peut dire que la caractérisation mécanique par indentation des matériaux élastoplastique est connue même si dans la majorité des cas le matériau doit suivre un comportement de type Hollomon. On peut aussi souligner que dans la littérature scientifique sur l'indentation, un bon nombre d'études ont concerné l'étude de l'influence du frottement sur les résultats de la caractérisation par indentation.

Pour le cas d'un matériau dont le comportement dépend de la vitesse de déformation, les études effectuées sont rares et dans les travaux effectués, le matériau est supposé suivre un comportement de type puissance dans l'espace de la contrainte et de la vitesse de déformation. Evidemment, la notion de vitesse de déformation représentative est aussi utilisée. Les travaux ont débuté sur des matériaux rigides viscoplastiques et il a été montré par plusieurs auteurs, de différentes manières, qu'il existe une relation analytique entre les paramètres de la loi de comportement et les paramètres d'indentation. Ainsi, le paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation peut être facilement estimé sans avoir recours à des calculs numériques ni à des méthodes nécessitant un calcul élément finis comme l'analyse inverse. Le problème est que la relation proposée pour les matériaux rigides viscoplastiques n'est plus applicable pour le cas des matériaux « élasto-viscoplastiques » car la partie élastique a une influence non négligeable sur les grandeurs mesurables en indentation, en l'occurrence sur l'effort et le déplacement. Malgré les études très sérieuses effectuées pour ce dernier cas, les résultats ne semblent toujours pas applicables à une large gamme de matériaux. Aussi consacrons-nous le chapitre suivant à l'étude théorique sur l'indentation des matériaux élasto-viscoplastiques.

Chapitre 4

Etude théorique et numérique de l'indentation, analyse inverse, concept de déformation représentative et vitesse de déformation représentative

Dans ce chapitre, une étude théorique sur l'essai d'indentation est effectuée. Pour cette étude, nous supposons que le matériau est isotrope et que son comportement mécanique suit la loi de type puissance qui a été abordée dans le chapitre 3. Une première partie est consacrée à l'étude de l'influence du frottement qui repose également sur l'hypothèse que le frottement entre l'indenteur et l'échantillon est défini par la loi de Coulomb isotrope, définie par le coefficient de frottement μ . La deuxième partie est consacrée à l'identification par analyse inverse des paramètres rhéologiques de la loi de comportement à partir des courbes d'indentation pseudo-expérimentales. Et, pour clore ce chapitre, un nouveau concept de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative en indentation conique, se basant sur les jeux de paramètres donnant les mêmes courbes d'indentation, est proposé. Il est essentiel de noter que ces études ne sont effectuées que sur la courbe de chargement d'indentation.

1 Influence du frottement sur la réponse en indentation des polymères

Dans ce paragraphe, nous allons nous limiter à l'hypothèse que le frottement entre l'indenteur et l'échantillon est défini par la loi isotrope de Coulomb. Dans les problèmes de mécanique de solides et des structures, le problème de frottement est un autre volet à résoudre en plus des problèmes de non-linéarité au niveau de la loi de comportement, cette étude est appelée étude tribologique. Lorsqu'il y a contact entre deux corps en mouvement, il apparaît sur la zone de contact un effort tangentiel qui tend à opposer à ce mouvement, c'est le frottement.

L'étude du frottement est une étude très complexe qui peut s'effectuer à l'échelle microscopique et à l'échelle macroscopique. Etablir une loi de frottement consiste à définir une relation entre la contrainte tangentielle due à l'effort tangentiel de frottement et les paramètres physiques dans la zone de contact. Ces paramètres physiques doivent tenir compte de la nature des matériaux en contact, de leur état de surface et des conditions de contact telles que la température et la vitesse de glissement. Ces derniers sont des paramètres tribologiques qui complexifient l'étude du frottement entre deux corps et justifie le fait que la tribologie occupe un domaine de recherche scientifique bien distinct.

Dans le cadre de cette étude, nous allons nous limiter à la formulation de la loi de comportement à l'échelle macroscopique. Considérons deux solides en contact Ω_1 et Ω_2 sur la zone Γ (Figure 60). Ces solides sont soumis à des efforts extérieurs \vec{F}_{ext} sur la frontière Γ_F et à des forces de volume \vec{f}_v sur les deux domaines.

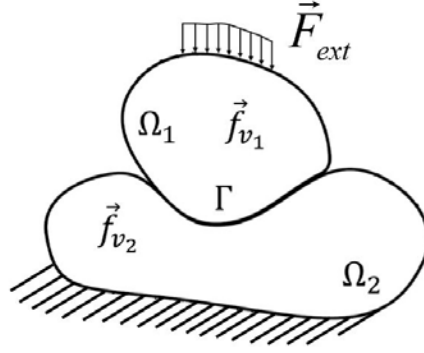


Figure 60: Représentation schématique du problème de contact

Au niveau de la zone de contact, le solide Ω_1 applique un champ de contrainte $\tilde{\sigma}_{1 \rightarrow 2}$ sur le solide Ω_2 et vice versa. Cette interaction peut se résumer par les relations mathématiques suivantes :

$$\begin{cases} F_{n1} = \vec{n} \cdot \tilde{\sigma}_{1 \rightarrow 2} \vec{n}_1 \\ F_{n2} = \vec{n} \cdot \tilde{\sigma}_{2 \rightarrow 1} \vec{n}_2 \\ \vec{F}_{t1} = \tilde{\sigma}_{1 \rightarrow 2} \vec{n}_1 - F_{n1} \vec{n} \\ \vec{F}_{t2} = \tilde{\sigma}_{2 \rightarrow 1} \vec{n}_2 - F_{n2} \vec{n} \end{cases} \quad (4.1)$$

Où F_{n1} et F_{n2} sont les efforts normaux, \vec{F}_{t1} et \vec{F}_{t2} sont les efforts tangentiels, \vec{n}_1 et \vec{n}_2 sont les normales sortantes de Ω_1 et Ω_2 . Dans la relation 4.1, les composantes dans la direction normale sont associées au contact unilatéral tandis que celles dans la direction tangentielle sont associées au frottement.

Ainsi, formuler une loi de frottement consiste à établir une relation entre la contrainte tangentielle associée à l'effort tangentiel et les paramètres thermomécaniques des solides en contact. Pour ce faire, l'approche consiste à faire apparaître les phénomènes physiques dans la zone de contact à travers un seuil d'effort au-dessus duquel le glissement entre les deux solides est possible. La loi de Coulomb utilise un seuil qui est proportionnel à l'effort normal :

$$\begin{cases} \|\vec{F}_t\| \leq \mu |F_n| & (\text{si adhérence}) \\ \|\vec{F}_t\| = \mu |F_n| & (\text{si glissement}) \end{cases} \quad (4.2)$$

Ce coefficient de proportionnalité μ est le coefficient de frottement qui dépend alors des matériaux en contact et de leurs états de surface.

Dans ce qui suit, nous allons étudier l'influence de ce coefficient de frottement sur la courbe d'indentation. Les valeurs du coefficient de frottement ont été prises sur la plage de valeurs

théoriques proposées dans la littérature [127, 128] dans le cas d'un glissement sec pour les matériaux plastiques et l'indenteur en acier ou en carbure de tungstène. Ainsi, nous avons fait varier numériquement ce coefficient lors de la simulation numérique d'essais d'indentation à partir des paramètres rhéologiques déterminés par compression du PEHD pour l'indentation conique, ceux du PA 6,6 30 % GFR pour l'indentation sphérique.

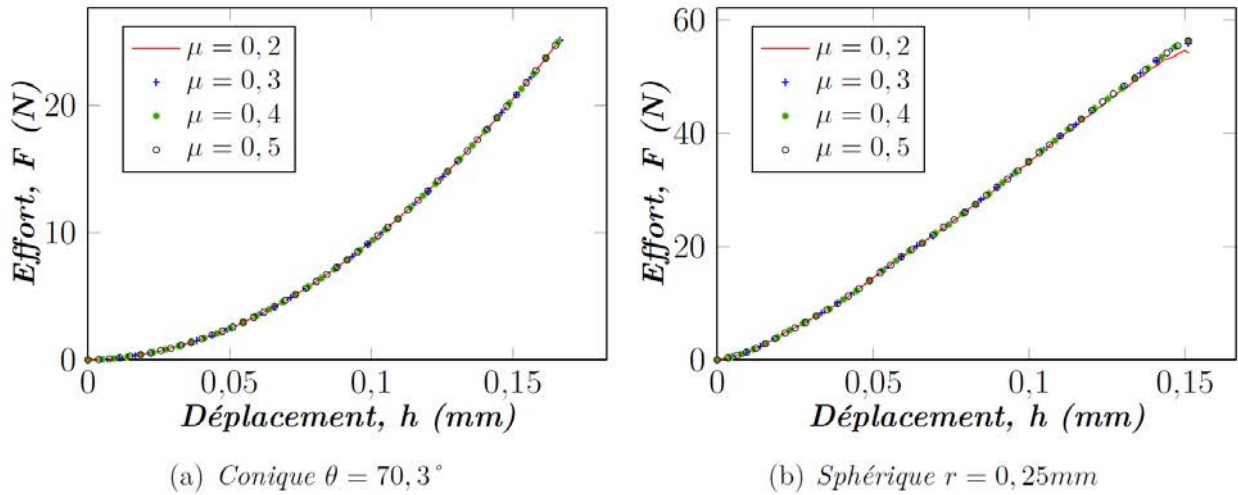


Figure 61: Influence de la variation du coefficient de frottement sur la courbe force-déplacement en indentation conique à une vitesse de pénétration égale à $1 \mu\text{m/s}$: (a) en indentation conique sur le PEHD, (b) en indentation sphérique sur PA 6,6 30 % GFR

La figure 61 montre très bien que pour un coefficient de frottement variant de 0,2 à 0,4 la courbe force-déplacement ne varie pas beaucoup et on peut dire donc que l'influence de ce coefficient sur la courbe d'indentation est négligeable. Pour des études plus poussées de tribologie, le modèle de frottement doit intégrer les paramètres liés à l'humidité de la surface de contact mais pour notre étude théorique dans les chapitres suivants nous allons supposer que le frottement suit la loi de frottement isotrope de Coulomb.

2 Identification par analyse inverse à partir d'une courbe d'indentation pseudo-expérimentale

Dans un premier temps, nous allons étudier la possibilité d'identifier les paramètres rhéologiques d'un matériau sensible à la vitesse à partir d'une courbe de chargement d'indentation en utilisant l'analyse inverse. Pour écarter toutes les incertitudes pouvant être introduites sur des mesures expérimentales, parfois dues aux défauts de surface ou à la détermination du point de contact initial, les calculs d'identification inverse ont été faits sur des courbes pseudo-expérimentales.

Les jeux de paramètres suivants sont considérés comme des jeux de paramètres de référence pour notre étude :

	<i>Loi de G'sell modifiée</i>	<i>Loi puissance</i>
σ_y (MPa)	40,000	-
K (MPa.s ⁿ)	12,000	50,000
W	90,000	-
a	5,000	-
b	12,000	-
h	3,000	-
m	0,060	0,060
n	0,000	0,140

Tableau 7 : Jeu de paramètres de référence pour l'identification par analyse inverse à partir des courbes pseudo-expérimentales

Ces jeux de paramètres de référence ont des valeurs proches de celles identifiées par compression dans le chapitre 2. Nous avons choisi les paramètres obtenus sur le PC pour la loi de G'sell modifiée, et ceux du PEHD pour la loi puissance. Les courbes d'indentation obtenues à partir de la simulation numérique de l'essai d'indentation dans les mêmes conditions cinématiques et même loi de frottement seront considérées comme courbes de référence. Ainsi, à partir d'un jeu de paramètre de départ quelconque, l'objectif est de chercher le jeu de paramètre qui minimise l'écart entre les courbes calculées et les courbes de référence.

Comme nous l'avons déjà indiqué dans le chapitre 3, l'identification des paramètres rhéologiques par indentation et analyse inverse consiste à déterminer le jeu de paramètres de la loi de comportement minimisant l'écart entre les courbes force-déplacement numérique et expérimentale. Dans l'étape d'identification, nous allons supposer que le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du matériau sont connus et donc fixés.

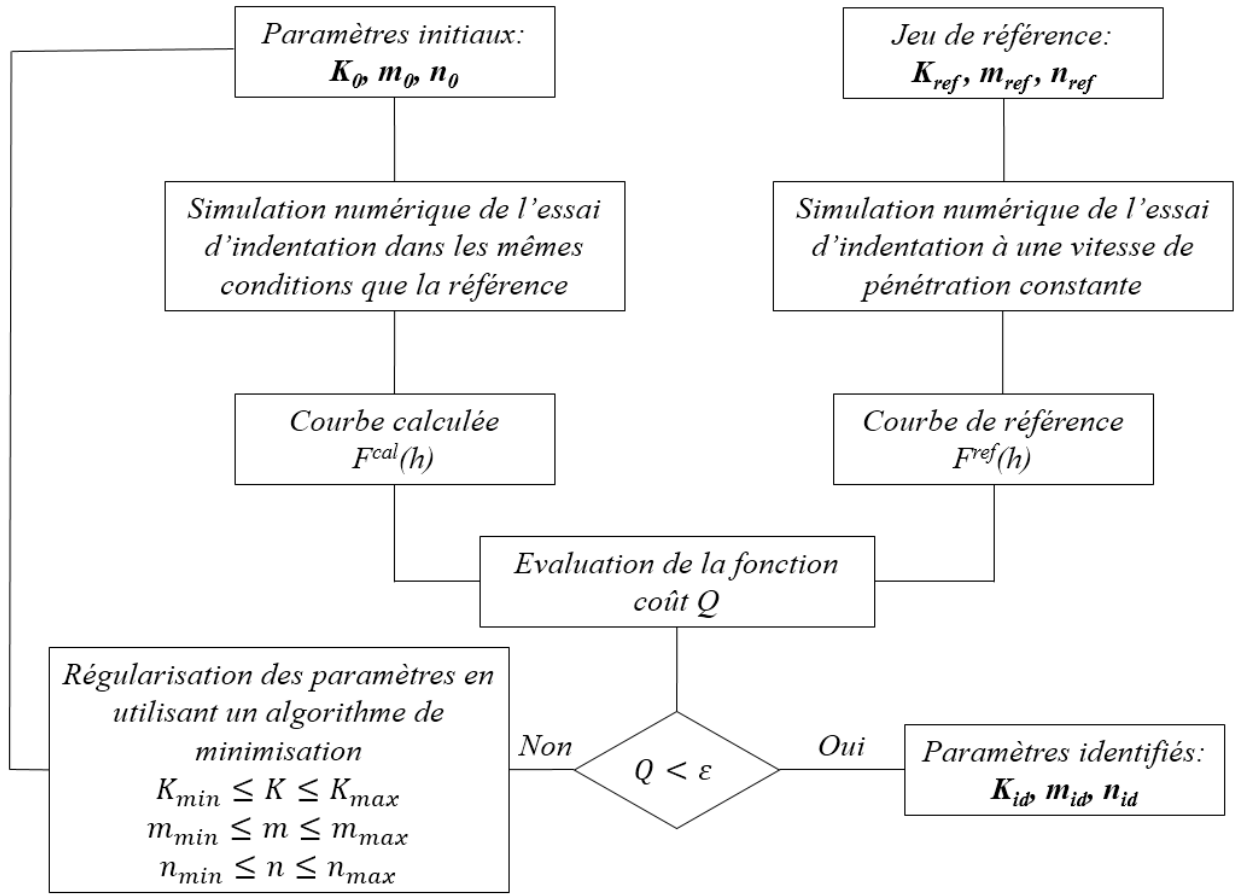


Figure 62: Schéma du principe de l'identification des paramètres de la loi puissance par analyse inverse à partir d'une courbe d'indentation pseudo-expérimentale

L'écart sera défini par la fonction coût suivante :

$$Q = \frac{1}{h_{\max}} \int_0^{h_{\max}} (F^{ref} - F^{cal})^2 dh \quad (4.3)$$

Avec h , la pénétration de l'indenteur, h_{\max} , la pénétration maximale, F^{ref} , l'effort de référence et F^{cal} , l'effort calculé numériquement. L'écart obtenu à partir de cette fonction coût sera exprimé en Newton carré $[N^2]$.

Dans le cas où deux vitesses de pénétration seront utilisées simultanément pour définir les grandeurs de référence, la fonction coût sera définie par la moyenne de la fonction coût des 2 courbes d'indentation:

$$Q^M = \frac{1}{2} \left[\frac{1}{h_{\max}^{vit\ 1}} \int_0^{h_{\max}} (F_{vit\ 1}^{ref} - F_{vit\ 1}^{cal})^2 dh + \frac{1}{h_{\max}^{vit\ 2}} \int_0^{h_{\max}} (F_{vit\ 2}^{ref} - F_{vit\ 2}^{cal})^2 dh \right] \quad (4.4)$$

Les courbes de référence sont obtenues par simulation numérique de l'indentation conique de demi-angle $\theta = 70,3^\circ$ et de l'indentation sphérique de rayon $r = 0,25 \text{ mm}$. Ces indenteurs sont modélisés par le modèle numérique présenté dans le chapitre 2.

Le problème d'identification devient alors un problème d'optimisation qui consiste à résoudre :

$$\min_{P \in \mathfrak{N}^3} Q(P) \quad (4.5)$$

Avec P est le vecteur paramétrique. La résolution du problème d'optimisation a été effectuée à l'aide du logiciel commercial ModeFrontier.

2.1 Algorithme simplexe

Simplexe est un algorithme d'optimisation non-linéaire qui n'a pas recours aux calculs de dérivée de la fonction coût. Cette méthode d'optimisation peut être vue comme un polygone de $i+1$ sommets dans l'espace de dimension i , par exemple dans le cas où l'on a 3 paramètres le simplexe est défini par une pyramide. L'algorithme Simplex nécessite alors $i+1$ paramètres de départ répartis dans la base des paramètres, avec i représentant le nombre de paramètres à identifier. La méthode consiste à se déplacer itérativement dans l'espace des paramètres en remplaçant le point qui a la plus grande valeur de fonction coût. Pour cela, l'algorithme utilise la réflexion, la contraction et l'expansion.

Pour mieux appréhender ces étapes du simplexe, considérons un simplexe défini par un triangle donc dans l'espace à 2 dimensions.

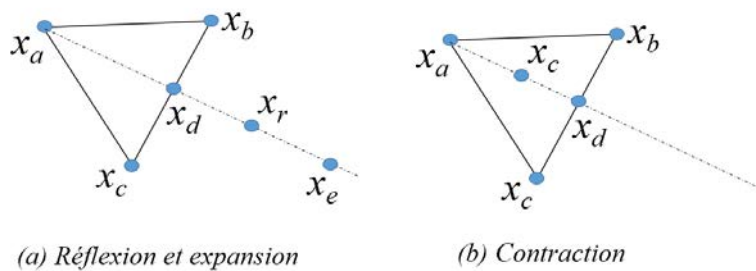


Figure 63 : Représentation schématique du principe de la méthode du simplexe où x_a , x_b et x_c sont les points qui définissent le simplexe dans l'espace à 2 dimensions, w_d est barycentre des points x_b et x_c , x_r le point de réflexion, x_e le point d'expansion et x_c le point de contraction

Si x_a est le point de départ où la fonction coût est la plus élevée, x_b le point où elle a sa deuxième grande valeur et x_c le point où sa valeur est minimale.

La réflexion consiste à créer un nouveau point sur la droite $x_a x_d$ qui est défini par (Figure 63-a):

$$x_r = x_d + \alpha_d(x_d - x_a) \quad \text{avec} \quad \alpha_s > 1 \quad (4.6)$$

Ensuite, on compare la valeur de la fonction coût au niveau de ces trois points.

Si $Q(x_c) < Q(x_r) < Q(x_b)$, alors il suffit de remplacer x_a par x_r et refaire les mêmes étapes avec les paramètres x_b , x_c et x_r . Dans le cas où $Q(x_r) < Q(x_c)$ alors l'algorithme va essayer d'aller un peu plus loin par expansion en calculant un autre point toujours dans la même direction par :

$$x_e = x_d + \alpha_e(x_d - x_a) \quad \text{avec} \quad \alpha_e > \alpha_s \quad (4.7)$$

Si $Q(x_e) < Q(x_r)$ alors on remplace x_a par x_e et refaire les mêmes étapes avec les paramètres x_b , x_c et x_e . Dans le cas contraire, on refait les calculs avec x_b , x_c et x_r .

Dans le cas où $Q(x_b) < Q(x_r) < Q(x_a)$, c'est-à-dire x_b est mieux que x_r alors simplexe utilise la contraction en calculant (Figure 63-b):

$$x_c = x_d + \alpha_c(x_d - x_a) \quad \text{avec} \quad 0 < \alpha_c < 1 \quad (4.8)$$

L'algorithme simplexe est réputé pour avoir la capacité à éviter les problèmes de minimum locaux, c'est pour cette raison que nous l'avons utilisé dans un premier temps.

2.2 Méthodes quasi-Newton : BFGs

Un algorithme de type gradient, l'algorithme BFGs, a aussi été utilisé dans notre étude. BFGs vient de l'initiale des noms des personnes qui l'ont découvert. Cette méthode est aussi appelée quasi-newton et utilise la dérivée et l'inverse de la dérivée seconde de la fonction coût qui est approchée itérativement.

La fonction coût est localement approchée par la forme quadratique suivante :

$$Q(P) \approx Q(P_0) + \nabla Q(P_0) \cdot (P - P_0) + \frac{1}{2} (P - P_0) \cdot \nabla^2 Q(P_0) \cdot (P - P_0) \quad (4.9)$$

Où P et P_0 sont respectivement le vecteur paramétrique et le vecteur paramétrique initial. Ainsi, en dérivant la relation (4.9), on obtient :

$$\nabla Q(P) = \nabla Q(P_0) + \nabla^2 Q(P_0) \cdot (P - P_0) \quad (4.10)$$

Et puisqu'au niveau de la solution $\nabla Q(P) = 0$, alors :

$$P = P_0 - [\nabla^2 Q(P_0)]^{-1} \cdot (\nabla Q(P_0)) \quad (4.11)$$

La matrice Hessienne dans la relation ci-dessus doit être définie et positive. Sa valeur exacte n'est pas utilisée pour calculer son inverse mais on utilise une approximation, d'où l'appellation quasi-newton. Une fois que la direction est calculée, l'algorithme BFGs calcule le pas de l'itération en utilisant une recherche linéaire le long de cette direction. Le calcul d'optimisation effectué à partir d'un algorithme de ce type pose souvent un problème de minimum local. Néanmoins, cet algorithme est souvent recommandé pour affiner les résultats obtenus à partir de l'algorithme simplex.

2.3 Résultats et discussion sur l'identification par analyse inverse

Les résultats de l'identification inverse sur les courbes pseudo-expérimentales à partir de la loi de G'sell modifiée sont résumés dans les tableaux 8 et 9. Ces résultats montrent que l'unicité de la solution n'est pas assurée en ce qui concerne les paramètres associés à la déformation. L'utilisation d'un indenteur sphérique ne résout pas complètement ce problème d'unicité.

Un cône et deux vitesses (Simplex)						
Paramètres de départ						
σ_y (MPa)	K (MPa.s ^m)	W	a	b	h	m
25,849	14,818	43,145	10,340	23,575	3,116	0,128
40,413	10,212	58,690	8,344	15,413	4,959	0,180
37,082	9,828	67,854	10,026	23,771	0,794	0,033
38,739	6,374	68,984	11,240	15,095	0,802	0,015
28,045	9,444	146,172	7,405	28,763	1,438	0,187
29,152	12,323	94,943	1,687	27,503	3,438	0,013
23,386	7,525	20,122	10,778	27,771	0,174	0,146
36,579	3,111	62,191	12,324	23,418	4,570	0,084
Paramètres identifiés						
σ_y (MPa)	K (MPa.s ^m)	W	a	b	h	m
44,062	6,949	41,071	13,143	13,088	2,554	0,070
Valeur de la fonction coût (N ²)					4,068 10 ⁻⁴	
Paramètres de référence						
σ_y (MPa)	K (MPa.s ^m)	W	a	b	h	m
40,000	12,000	90,000	5,000	12,000	3,000	0,060

Tableau 8 : Récapitulation des résultats de l'identification par analyse inverse à partir de la loi de G'sell modifiée en utilisant deux essais d'indentation conique caractérisés par deux vitesses de pénétration

Une sphère et deux vitesses (Simplex)						
Paramètres de départ						
σ_y (MPa)	K (MPa.s ^m)	W	a	b	h	m
25,849	14,818	43,145	10,340	23,575	3,116	0,128
40,413	10,212	58,690	8,344	15,413	4,959	0,180
37,082	9,828	67,854	10,026	23,771	0,794	0,033
38,739	6,374	68,984	11,240	15,095	0,802	0,015
28,045	9,444	146,172	7,405	28,763	1,438	0,187
29,152	12,323	94,943	1,687	27,503	3,438	0,013
23,386	7,525	20,122	10,778	27,771	0,174	0,146
36,579	3,111	62,191	12,324	23,418	4,570	0,084
Paramètres identifiés						
σ_y (MPa)	K (MPa.s ^m)	W	a	b	h	m
40,222	11,747	56,320	7,363	15,916	3,132	0,0596
Valeur de la fonction coût (N ²)					1,777 10 ⁻⁴	
Paramètres de référence						
σ_y (MPa)	K (MPa.s ^m)	W	a	b	h	m
40,000	12,000	90,000	5,000	12,000	3,000	0,060

Tableau 9 : Récapitulation des résultats de l'identification par analyse inverse à partir de la loi de G'sell modifiée en utilisant deux essais d'indentation sphérique caractérisés par deux vitesses de pénétration

Un angle de cône ($\theta = 70,3^\circ$) et une vitesse ($\dot{h} = 1\mu\text{m.s}^{-1}$)						
Algorithme d'optimisation : Simplex						
Paramètres de départ					Paramètres identifiés	Paramètres de référence
$K \left(\text{MPa.s}^m \right)$	85,000	52,500	117,500	68,750	141,857	50,000
m	0,080	0,045	0,115	0,098	0,0860	0,060
n	0,105	0,058	0,153	0,081	0,3740	0,140
Valeur de la fonction coût (N^2)					$9,256 \cdot 10^{-4}$	
Un angle de cône ($\theta = 70,3^\circ$) et une vitesse ($\dot{h} = 1\mu\text{m.s}^{-1}$)						
Algorithme d'optimisation : BFGs						
Paramètres de départ					Paramètres identifiés	Paramètres de référence
$K \left(\text{MPa.s}^m \right)$	210,558				210,563	50,000
m	0,129				0,119	0,060
n	0,091				0,400	0,140
Valeur de la fonction coût (N^2)					$3,888 \cdot 10^{-3}$	

Un angle de cône ($\theta = 70,3^\circ$) et deux vitesses ($\dot{h}_1 = 1\mu m.s^{-1}$ et $\dot{h}_2 = 0,1\mu m.s^{-1}$)						
Algorithme d'optimisation : Simplex						
Paramètres de départ					Paramètres identifiés	Paramètres de référence
$K \left(MPa.s^m \right)$	85,000	52,500	117,500	68,750	35,249	50,000
m	0,080	0,045	0,115	0,098	0,060	0,060
n	0,105	0,058	0,153	0,081	0,036	0,140
Valeur de la fonction coût (N^2)					$4,575 \cdot 10^{-3}$	
Un angle de cône ($\theta = 70,3^\circ$) et deux vitesses ($\dot{h}_1 = 1\mu m.s^{-1}$ et $\dot{h}_2 = 0,1\mu m.s^{-1}$)						
Algorithme d'optimisation : BFGs						
Paramètres de départ					Paramètres identifiés	Paramètres de référence
$K \left(MPa.s^m \right)$	201,558				130,528	50,000
m	0,129				0,060	0,060
n	0,091				0,400	0,140
Valeur de la fonction coût (N^2)					$9,831 \cdot 10^{-5}$	
Indentation sphérique ($r = 0,25 \text{ mm}$) et deux vitesses ($\dot{h}_1 = 1\mu m.s^{-1}$ et $\dot{h}_2 = 0,1\mu m.s^{-1}$)						
Algorithme d'optimisation : Simplex						
Paramètres de départ					Paramètres identifiés	Paramètres de référence
$K \left(MPa.s^m \right)$	85,000	52,500	117,500	68,750	37,238	50,000
m	0,080	0,045	0,115	0,098	0,060	0,060
n	0,105	0,058	0,153	0,081	0,138	0,140
Valeur de la fonction coût (N^2)					$3,554 \cdot 10^{-3}$	

Tableau 10 : Récapitulation des résultats de l'identification par analyse inverse à partir de la loi puissance

Pour donner un ordre de grandeur des valeurs de la fonction coût obtenue et dire à quel point les courbes d'indentations identifiées et la courbe de référence sont proches, la figure suivante montre les courbes force-déplacement de référence et celles obtenues par simulation numérique à partir des 2 premiers paramètres identifiés dans le tableau 10.

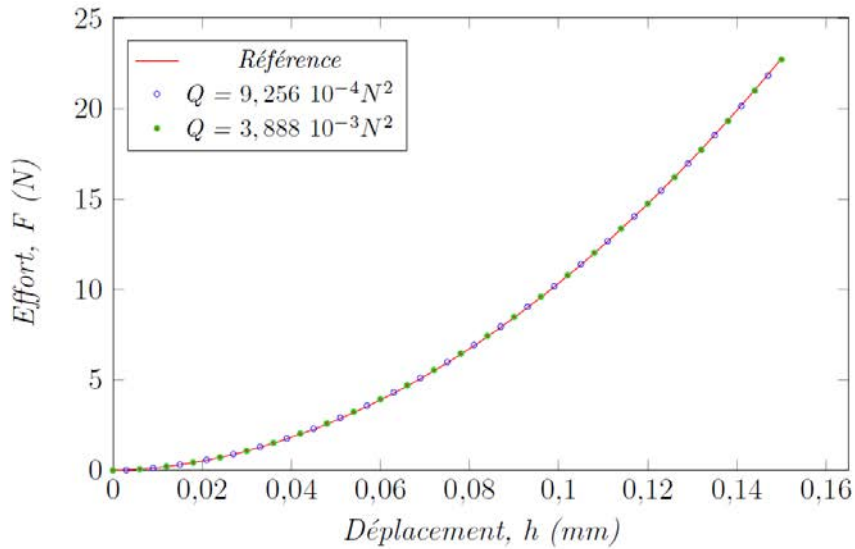


Figure 64: Comparaison entre la courbe d'indentation conique de référence et les courbes identifiées ayant respectivement comme valeur de la fonction objective égale à $Q = 9,256 \cdot 10^{-4} N^2$ et $Q = 3,888 \cdot 10^{-3} N^2$

Comme le problème d'unicité sur l'identification de paramètres de la loi de G'sell modifiée n'est pas tout à fait résolu même si l'on utilise un indenteur sphérique, nous avons choisi d'utiliser la loi puissance à trois paramètres pour entamer l'étude théorique sur l'indentation.

Ces résultats de l'identification inverse sur la loi puissance résumés dans le tableau 10 permettent de soulever quelques observations sur la particularité de l'essai d'indentation :

- (i) Une courbe force-déplacement obtenue avec un seul angle de cône et une vitesse de pénétration n'est pas suffisamment riche pour garantir l'unicité de la solution que ce soit au niveau des paramètres associés à la déformation ou du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation. Ce résultat confirme ce qui a été déjà dit dans la littérature sur l'impossibilité de déterminer les paramètres d'écrouissage à partir d'une seule courbe d'indentation conique [107]. Dans le cas d'un matériau élastique-plastique, il est globalement montré [94, 105-107] que les courbes d'écrouissage issues de ces paramètres identifiés se croisent au niveau de la déformation représentative. En poussant davantage le raisonnement, les questions qui se posent sont : qu'en est-il alors pour le cas d'un matériau dépendant de la vitesse ? A quelle vitesse de déformation les courbes contrainte-déformations doivent être tracées pour que l'on puisse mettre en relief une autre particularité de l'indentation conique qui conduirait à une vitesse de déformation représentative ?
- (ii) En enrichissant la base expérimentale avec une autre courbe d'indentation conique obtenue à une autre vitesse de pénétration, le coefficient de sensibilité à la vitesse de

déformation m est identifié avec une très bonne précision inférieure à 5 %. Cependant, ici encore l'unicité de la solution n'est toujours pas assurée et le coefficient d'écrouissage n et la consistance K sont toujours très différents des valeurs de référence. On peut dire alors que l'enrichissement apporté au niveau de la vitesse de pénétration n'a pas du tout influencé la détermination des paramètres associés à la déformation. Cela suffira-t-il pour justifier le découplage entre la déformation et la vitesse de déformation au cours de l'indentation conique ?

- (iii) Une courbe d'indentation sphérique équivaut à plusieurs courbes d'indentation conique obtenues à partir de plusieurs angles de cône. En utilisant un indenteur sphérique alors on enrichit d'avantage la base expérimentale.

3 Etude théorique de l'essai d'indentation

3.1 Similarité géométrique en indentation

La similarité géométrique est une théorie qui a été proposée par Euclid et a été utilisée par Cheng et al. [106] pour souligner quelques particularités de l'essai d'indentation conique. Elle stipule que deux objets décrits par un nombre fini de paramètres géométriques sont géométriquement similaires si ses paramètres sont respectivement proportionnels pour les deux objets (Figure 65). La conséquence directe de cette similarité géométrique sur l'indentation conique est que la dureté H est toujours constante quelle que soit la pénétration et il en est de même pour la courbure d'indentation C_L . Ces hypothèses ont été vérifiées par de nombreux auteurs [94, 106] lors d'un essai d'indentation conique sur un matériau élasto-plastique. De plus, il a été montré numériquement pour ce type de matériau que les champs de contrainte et de déformation sous l'indenteur sont aussi similaires quels que soit le niveau de pénétration. La question se pose alors en ce qui concerne les matériaux dont le comportement dépend de la vitesse de déformation. Néanmoins, la géométrie conique reste similaire quel que soit la pénétration et indépendamment du type de matériau indenté ; c'est ce qui nous a poussé à commencer l'étude théorique de la réponse en indentation de matériau dont le comportement dépend du temps avec ce type d'indenteur.

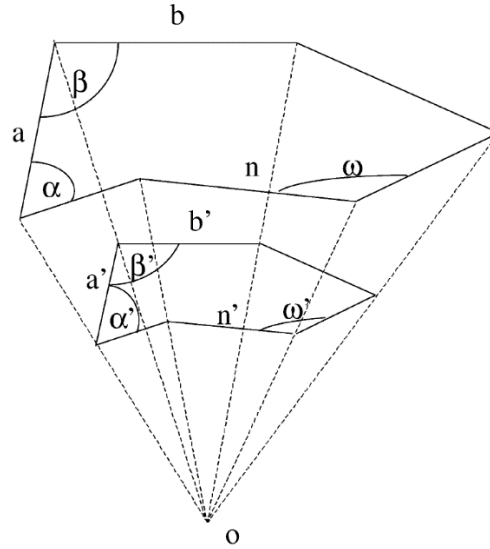


Figure 65: Illustration de la similarité géométrique avec $\alpha = \alpha'$;...; $\omega = \omega'$ et $\left(\frac{a}{a'}\right) = \left(\frac{b}{b'}\right) = c$
[106]

3.2 Le concept de déformation représentative

En indentation conique, il a été montré que les courbes d'écrouissage issues des paramètres de la loi de comportement donnant les mêmes courbes d'indentation conique se croisent au niveau d'un point dont l'abscisse correspond à la déformation représentative [94, 105, 107]. Ce raisonnement de base a été étendu par Moussa et al. [102, 129] sur l'indentation sphérique pour définir une déformation représentative moyenne.

Par ailleurs, en appliquant le concept sur un matériau dont le comportement dépend de la vitesse on devrait pouvoir définir une vitesse de déformation représentative selon le même raisonnement. La déformation représentative obtenue par ce concept est liée globalement à l'état de déformation de la matière sous l'indenteur puisque sous l'indenteur on a un volume déformé élastiquement et un volume déformé plastiquement avec différents taux de plastification qui contribuent mutuellement à la réponse du matériau à l'indentation (Figure 66).

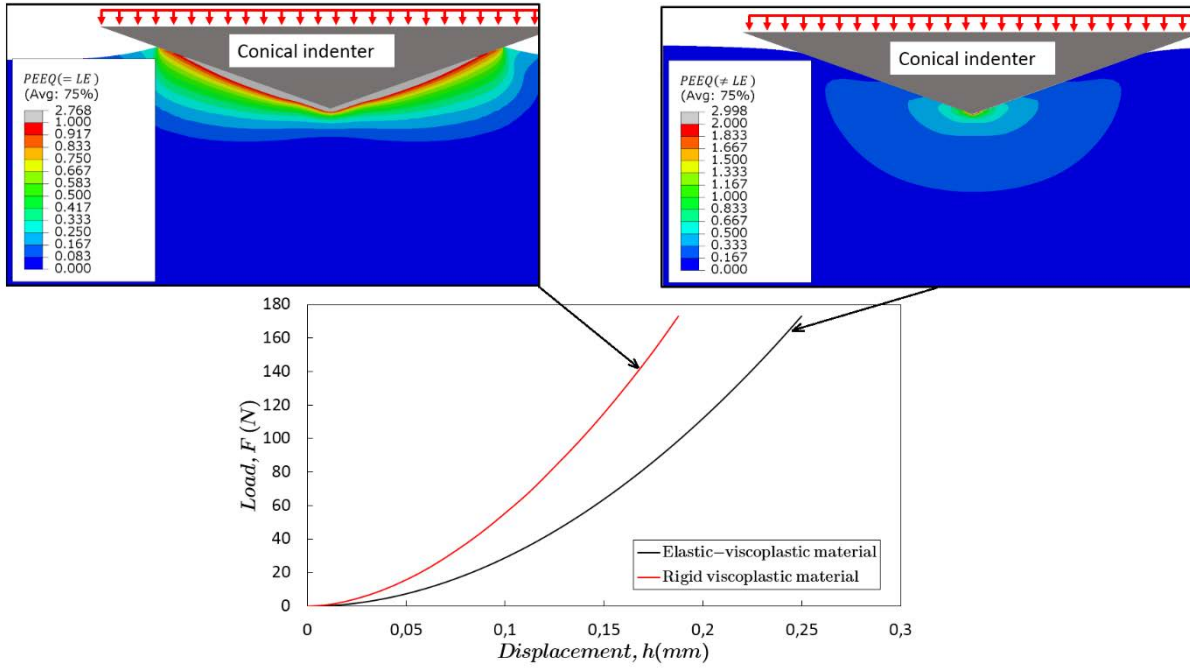


Figure 66 : Illustration du concept de déformation représentative sur un matériau rigide viscoplastique à gauche et un matériau elasto-plastique à droite (PEEQ étant la déformation plastique équivalente)

Cette déformation représentative est associée aux grandeurs mesurées en indentation. On peut donc considérer deux déformations représentatives: la déformation représentative associée à la courbe force-déplacement et la déformation représentative associée à la dureté. Dans notre étude théorique nous allons développer en parallèle ces deux déformations représentatives, cependant pour les applications expérimentales nous n'allons utiliser que la déformation représentative et la vitesse de déformation représentative associées à la courbe force-déplacement faute de moyen pour évaluer le rayon de contact avec précision.

3.2.1 Observation du domaine de solution

Dans ce paragraphe, nous allons étudier la configuration du domaine défini par l'ensemble des solutions qui donnent des courbes d'indentation similaires. Pour cela, nous allons nous inspirer de la méthodologie utilisée par Moussa et al. [129]. Pour quantifier l'écart entre deux courbes d'indentation conique, nous allons utiliser la fonction coût définie par la relation (4.3) ou la relation (4.4) pour le cas où 2 vitesses sont considérées.

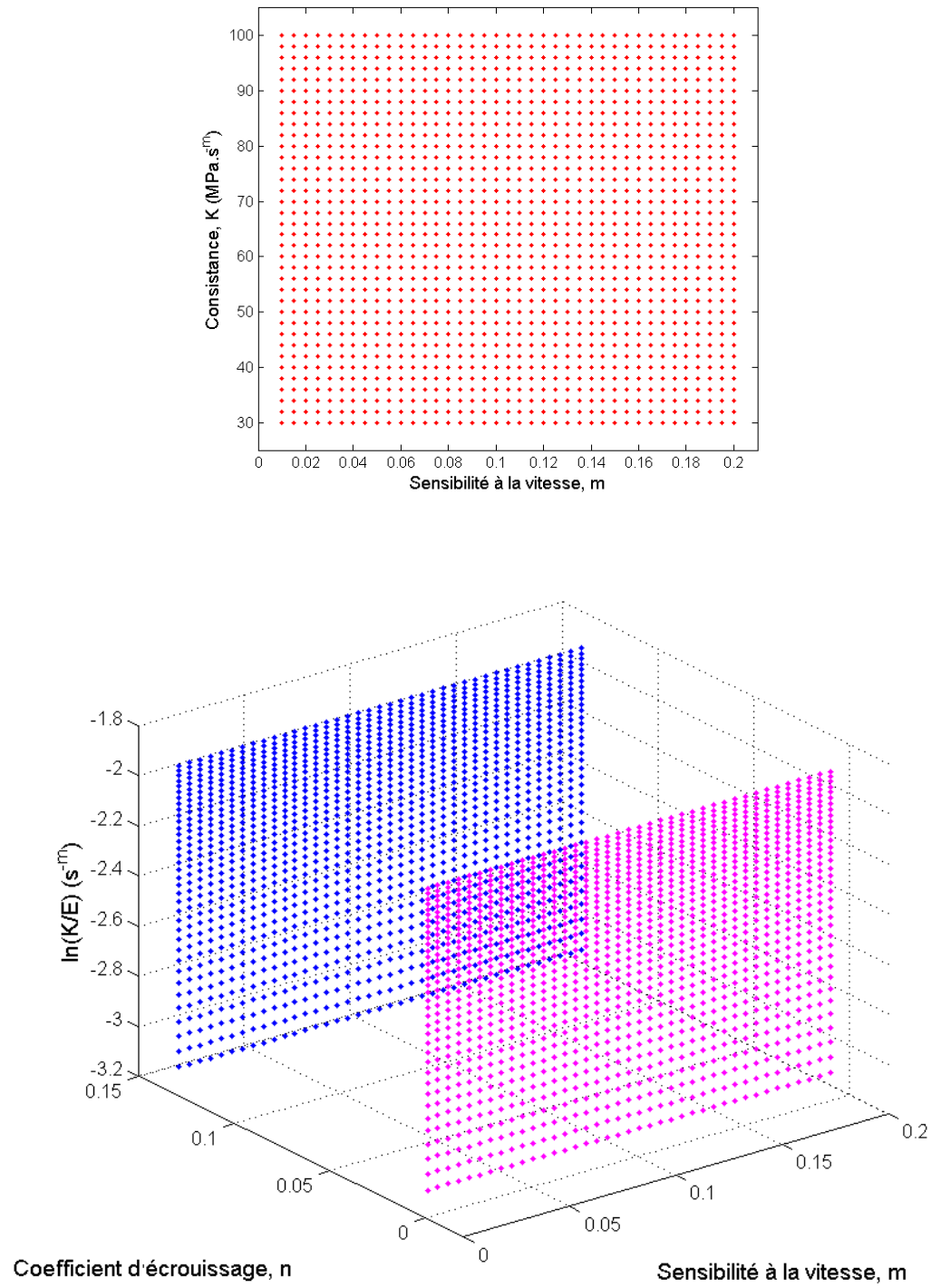


Figure 67: Plan d'expérience pour les simulations numériques

Des simulations numériques d'indentation conique à une vitesse de pénétration égale à $\dot{h}_1 = 1 \mu m.s^{-1}$ ont été effectuées pour une plage de variation des paramètres de la loi de comportement telle que la consistance K varie de $30 MPa.s^m$ à $90 MPa.s^m$ avec un pas de $2 MPa.s^m$, le coefficient de sensibilité à la vitesse m varie de $0,01$ à $0,11$ avec un pas de $0,005$

(Figure 67) et un coefficient d'écrouissage n égale à $0,14$ et $0,01$. De plus, ces calculs ont été refaits pour une autre vitesse de pénétration égale à $\dot{h}_2 = 0,1 \mu m.s^{-1}$.

Les courbes force-déplacement obtenues sont comparées avec la courbe de référence qui a été obtenue à partir de la simulation numérique avec le jeu de référence de la loi puissance. Afin d'avoir une présentation lisible de l'ensemble du domaine de solution, la variation de la fonction coût est tracée en fonction de K et m pour les deux valeurs de n constante.

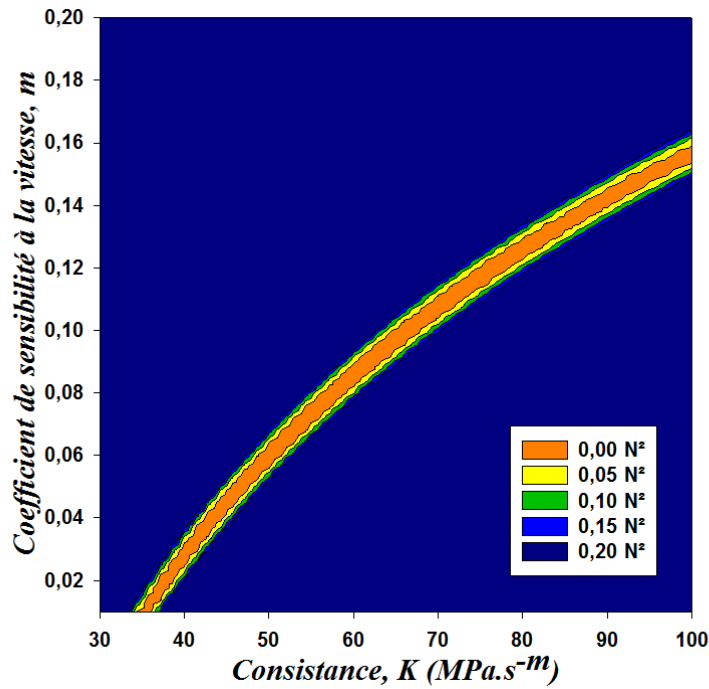


Figure 68: Représentation de la fonction coût dans le repère (K, m) pour $n = 0,14$

La figure 68 donne la cartographie de l'écart entre la courbe $F(h)$ de référence et chacune des courbes obtenues par simulation numérique pour l'ensemble des jeux de paramètres $(K, m, n=0,14)$ en fonction de la consistance K et du coefficient de sensibilité à la vitesse m pour une valeur de n fixe égale à la valeur de référence. On distingue en rouge la zone d'écart le plus faible correspondant à l'ensemble des jeux de paramètres donnant les courbes d'indentation suffisamment proches de la courbe F-h de référence. D'après cette figure, le fond de la vallée représenté par la partie en rouge est légèrement incurvé. A titre d'information, lorsque la valeur de Q est supérieure à $0,05 N$, l'écart entre les courbes d'indentation commence à être distinguable à l'œil nu. La discontinuité du domaine sur la figure est due au grossissement du maillage du plan d'expérience. Dans la partie la plus foncée, il peut y avoir des valeurs de Q bien supérieure à $0,2 N$ mais au-delà de cette valeur il n'y plus d'intérêt à considérer les paramètres donnant de telles valeur d'erreur car les courbes d'indentation sont très éloignées de la courbe de référence.

Lorsque les mêmes données sont représentées dans le repère $\left(\ln\left(\frac{K}{E}\right), m\right)$, on constate cette fois-ci que le domaine de solution est orienté par une direction qui semble être bien droite (figure 69).

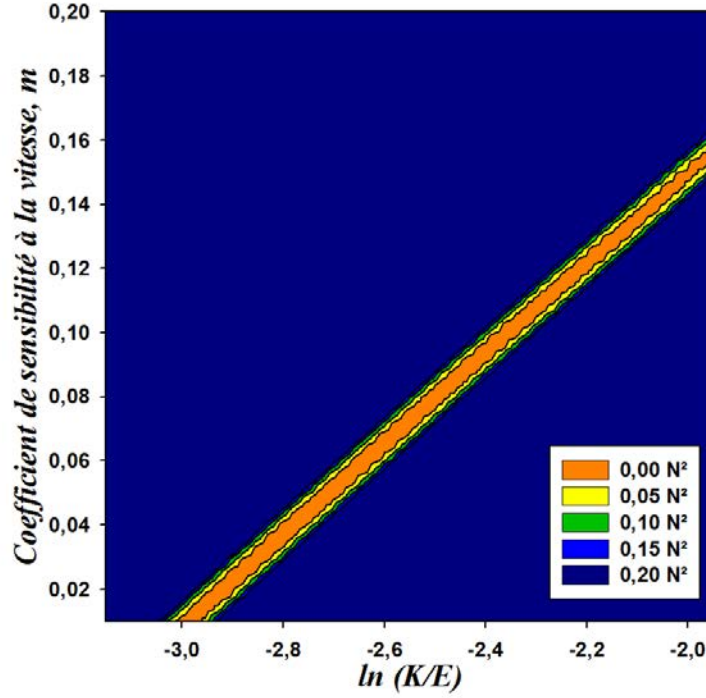


Figure 69: Représentation de la fonction coût dans l'espace $\left(\ln\left(\frac{K}{E}\right), m\right)$ pour $n = 0,14$

Par ailleurs, on observe sur la figure 69, comme sur la figure 68, que plusieurs couples de paramètres (K, m) du domaine de solutions conduisent à un faible écart ce qui signifie que pour un seul angle de cône, il n'y a pas unicité de la solution : une multitude de combinaison (K, m) donnent des courbes d'indentations suffisamment proches. Cette observation n'est pas nouvelle et confirme ce qui a été dit dans la littérature [105, 107].

Pour les paramètres appartenant à ces domaines de solutions alors:

$$\sigma_R = K \varepsilon_{RP}^n \dot{\varepsilon}_{RP}^m \quad (4.12)$$

En linéarisant la relation (4.12), l'équation du domaine de solution sera donnée par :

$$\ln\left(\frac{\sigma_R}{E}\right) = n \ln \varepsilon_{RP} + m \ln \dot{\varepsilon}_{RP} + k \quad (4.13)$$

Avec : $k = \ln\left(\frac{K}{E}\right)$.

L'équation (4.13) définit une surface dans le repère (k, m, n) . D'après cette équation, la déformation représentative est définie par la direction du fond de la vallée dans le repère (k, n) pour une valeur de m donnée. La vitesse de déformation représentative sera calculée par la direction de la vallée dans le repère (k, m) par rapport à l'axe m pour une valeur de n donnée.

Logiquement, l'utilisation de 2 vitesses de pénétration enrichira d'avantage la base expérimentale puisque la plage de variation de la vitesse de déformation concernée par l'identification augmente et ainsi le domaine de solution, défini par l'ellipse, se réduit par la réunion de l'ensemble des deux domaines de solution définis respectivement par chaque vitesse.

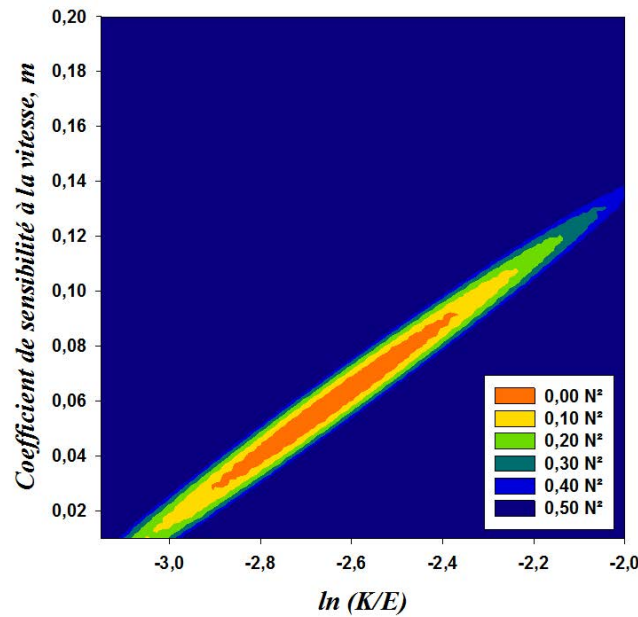


Figure 70: Domaine de solution obtenu en utilisant deux vitesses de pénétration $\dot{h}_1 = 1 \mu m.s^{-1}$ et $\dot{h}_2 = 0,1 \mu m.s^{-1}$ et pour une valeur de n fixée égale à 0,14

D'après la figure 70, le domaine de solution subit une transformation, ce qui souligne le fait que pour un seul angle de cône, il n'y a pas unicité de la solution pour les paramètres associés à la déformation, il peut exister une multitude de combinaison de $\frac{K}{E}$ et n qui donnent des courbes d'indentations suffisamment proches. Cette observation n'est pas nouvelle et confirme ce qui a été dit dans la littérature [105, 107].

3.2.2 Calcul de la déformation représentative et de la vitesse de déformation représentative par la méthode du gradient

L'objectif est ici de trouver une méthode pour calculer la direction du fond de la vallée puisque c'est elle qui définit la déformation représentative dans l'espace (k, n) et la vitesse de déformation représentative dans l'espace (k, m) . Fondamentalement, toute la théorie sur la

déformation représentative repose sur celle de Tabor [1] qui stipule que la dureté est proportionnelle à la contrainte d'écoulement :

$$\frac{H}{E} = C_F \left(\frac{\sigma_R}{E} \right) \quad (4.14)$$

Cependant, rien n'empêche de supposer que cette relation est aussi valide pour la courbure d'indentation $\left(\frac{F}{Eh^2} \right)$, et c'est ce qui a été proposée par Dao et al. [94]:

$$\frac{F}{Eh^2} = \Pi_1 \left(\frac{K}{E}, m, n \right) \frac{\sigma_R}{E} \quad (4.15)$$

Où Π_1 est un coefficient de proportionnalité adimensionnel et il est évident de dire que ce dernier dépend des paramètres de la loi de comportement :

Cependant, les courbes de la contrainte en fonction de la déformation obtenues par les jeux de paramètres qui donnent des courbes d'indentation suffisamment proches se croisent au niveau du point représentatif, donc au niveau de ce point, que nous appellerons « point de fonctionnement », la fonction Π_1 sera indépendante des paramètres du matériau:

$$\Pi_1 \left(\frac{K}{E}, m, n \right) = \Pi_1 \left(\frac{\sigma_R}{E} \left(\frac{K}{E}, m, n \right) \right) \quad (4.16)$$

En combinant les relations (4.12), (4.14) et (4.15), il en résulte :

$$\begin{cases} \ln \left(\frac{H}{E} \right) = n \ln \varepsilon_{RP}^H + m \ln \dot{\varepsilon}_{RP}^H + k + \ln(C_F) \\ \ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right) = n \ln \varepsilon_{RP} + m \ln \dot{\varepsilon}_{RP} + k + \ln \left(\Pi_1 \left(\frac{\sigma_R}{E} \right) \right) \end{cases} \quad (4.17)$$

Où l'exposant H au niveau de la déformation et de la vitesse de déformation représentative plastique fait référence à la dureté.

En revanche, la différence entre deux courbes d'indentation résulte de la variation des paramètres de la loi de comportement, c'est à dire :

$$\begin{cases} d \left[\ln \left(\frac{H}{E} \right) \right] = \frac{\partial \ln \left(\frac{H}{E} \right)}{\partial n} dn + \frac{\partial \ln \left(\frac{H}{E} \right)}{\partial m} dm + \frac{\partial \ln \left(\frac{H}{E} \right)}{\partial k} dk \\ d \left[\ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right) \right] = \frac{\partial \ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right)}{\partial n} dn + \frac{\partial \ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right)}{\partial m} dm + \frac{\partial \ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right)}{\partial k} dk \end{cases} \quad (4.18)$$

Au niveau du « point de fonctionnement », les paramètres qui donnent des courbes d'indentation suffisamment proches doivent vérifier les relations suivantes:

$$\begin{cases} \frac{\partial \ln \left(\frac{H}{E} \right)}{\partial n} dn + \frac{\partial \ln \left(\frac{H}{E} \right)}{\partial m} dm + \frac{\partial \ln \left(\frac{H}{E} \right)}{\partial k} dk = 0 \\ \frac{\partial \ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right)}{\partial n} dn + \frac{\partial \ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right)}{\partial m} dm + \frac{\partial \ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right)}{\partial k} dk = 0 \end{cases} \quad (4.19)$$

D'après l'équation (4.17), il en résulte que:

$$\begin{cases} d \ln \left(\frac{H}{E} \right) = \ln \varepsilon_{RP}^H dn + \ln \dot{\varepsilon}_{RP}^H dm + dk = 0 \\ d \ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right) = \ln \varepsilon_{RP} dn + \ln \dot{\varepsilon}_{RP} dm + dk = 0 \end{cases} \quad (4.20)$$

En identifiant alors membre à membre les relations (4.19) et (4.20), la déformation représentative plastique sera définie par :

$$\begin{cases} \varepsilon_{RP}^H = \exp \left[\frac{\frac{\partial}{\partial n} \left(\ln \left(\frac{H}{E} \right) \right)}{\frac{\partial}{\partial k} \left(\ln \left(\frac{H}{E} \right) \right)} \right]_{m=m_{ref}} \\ \varepsilon_{RP} = \exp \left[\frac{\frac{\partial}{\partial n} \left(\ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right) \right)}{\frac{\partial}{\partial k} \left(\ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right) \right)} \right]_{m=m_{ref}} \end{cases} \quad (4.21)$$

Et la vitesse de déformation représentative plastique par :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{\varepsilon}_{RP}^H = \exp \left[\frac{\frac{\partial}{\partial m} \left(\ln \left(\frac{H}{E} \right) \right)}{\frac{\partial}{\partial k} \left(\ln \left(\frac{H}{E} \right) \right)} \right]_{n=n_{ref}} \\ \dot{\varepsilon}_{RP} = \exp \left[\frac{\frac{\partial}{\partial m} \left(\ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right) \right)}{\frac{\partial}{\partial k} \left(\ln \left(\frac{F}{Eh^2} \right) \right)} \right]_{n=n_{ref}} \end{array} \right. \quad (4.22)$$

Les relations ci-dessus montrent que la déformation représentative et la vitesse de déformation représentative dépendent des paramètres du matériau, ce qui prouve que le fond de la vallée qui semblait être linéaire dans la Figure 69 ne l'est pas. Les calculs de la vitesse de déformation représentative à partir de la relation (4.22) montrent que celle-ci est proportionnelle au rapport

$\left(\frac{\dot{h}}{h} \right)$, ce qui corrobore avec la littérature [114, 117]. La déformation représentative calculée par

la relation (4.21) est obtenue pour une valeur du coefficient de sensibilité à la vitesse donnée et à l'inverse, la vitesse de déformation représentative calculée par la relation (4.22) est obtenue pour une valeur du coefficient d'écrouissage donné. Ainsi, la déformation représentative dépend de la vitesse de déformation représentative puisque celle-ci dépend de la valeur de m .

De plus, ces relations donnent une déformation représentative et une vitesse de déformation représentative correspondant à un angle de cône donné, puisque ces deux grandeurs dépendent aussi de l'angle de cône.

3.3 Cas rigide plastique et rigide viscoplastique

3.3.1 Déformation représentative dans le cas d'un matériau rigide plastique

Le comportement rigide viscoplastique peut être modélisé en faisant tendre vers zéro le rapport

$\frac{\sigma}{E}$ dans la relation 2.22. Ainsi, la loi de comportement devient :

$$\sigma = K \varepsilon_p^n \dot{\varepsilon}_p^m \quad (4.23)$$

Avec $\varepsilon \equiv \varepsilon_p$ à la différence d'un matériau élastique-plastique.

Ainsi, lorsque le matériau est insensible à la vitesse, on a un matériau rigide plastique :

$$\sigma = K \varepsilon_p^n \quad (4.24)$$

Dans ce cas, la dureté peut être calculée facilement à partir de l'aire de contact après déchargement parce que le matériau ne présente pas de retour élastique et la variation de l'empreinte résiduelle pendant le déchargement est négligeable, ainsi :

$$\ln\left(\frac{H}{K}\right) = n \ln \varepsilon_{RP}^H + \ln(C_F) \quad (4.25)$$

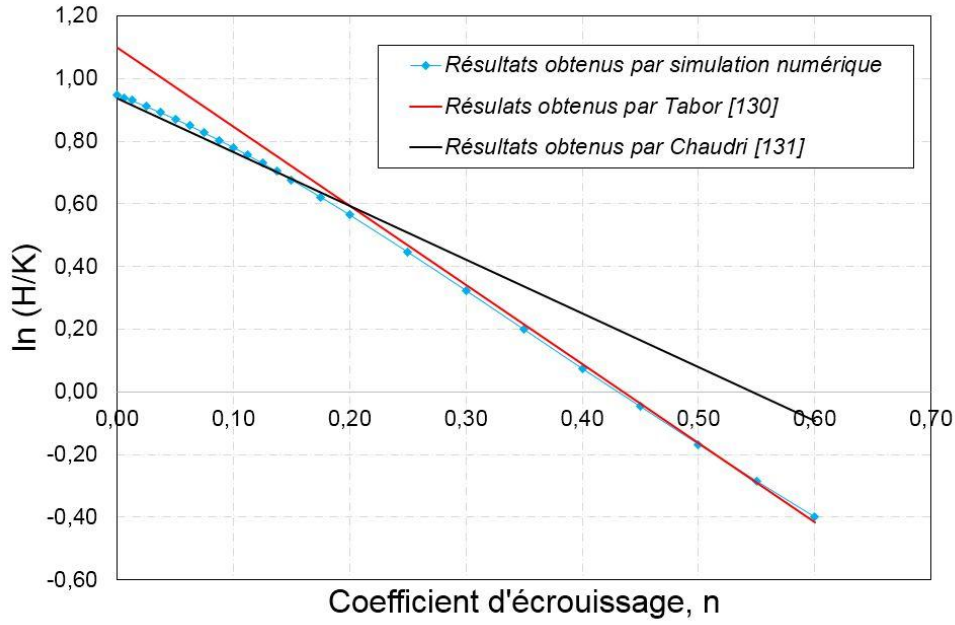


Figure 71: Variation du logarithme de la dureté en fonction du coefficient d'écrouissage

Selon la relation (4.25), si la déformation représentative est constante alors le logarithme de la dureté varie linéairement en fonction du coefficient d'écrouissage n . Or la Figure 71 montre que ce n'est pas tout à fait linéaire. Pour des valeurs de n inférieures à 0,15 la pente du logarithme népérien du rapport $\frac{H}{K}$ calculé à partir de la méthode du gradient selon notre concept de déformation représentative corrobore exactement avec la pente calculée à partir de la proposition de Tabor [130]. Ce résultat, complémentaire à ceux de Tabor [130] et de Chaudri [131], montre que la déformation représentative dépend du coefficient d'écrouissage. La figure 72 montre la déformation représentative obtenue à partir de la méthode du gradient comparée avec les résultats obtenus par Tabor [130] et Chaudri [131].

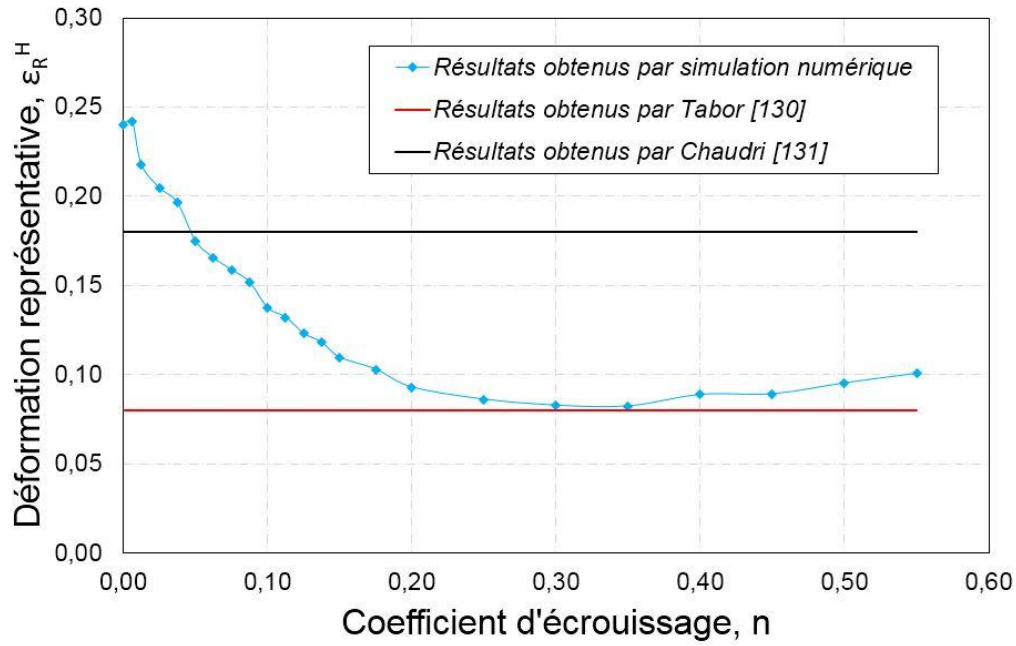


Figure 72 : Variation de la déformation représentative en fonction du coefficient d'érouissage pour le cas d'un matériau rigide plastique

3.3.2 Vitesse de déformation représentative dans le cas d'un matériau rigide viscoplastique

Dans le cas où le matériau ne présente pas de coefficient d'érouissage, à partir de la relation (4.23) il en résulte que :

$$\sigma = K \dot{\epsilon}_p^m \quad (4.26)$$

En appliquant le Π -théorème, Cheng et al. [106] ont proposé une relation donnant l'effort produit lors d'un essai d'indentation conique sur un matériau rigide viscoplastique. Il s'agit de la relation (3.32), que nous rappelons ici :

$$F = K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m \Pi_L(m, \theta) h^2 \quad (4.27)$$

Où K et m sont des paramètres de la loi de comportement, θ , le demi-angle de l'indenteur. La dureté, pour rappel, est exprimée par :

$$H = K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m \Pi_H(m, \theta) \quad (4.28)$$

La relation (4.27) et la relation (4.28) montrent très bien que si l'essai d'indentation est effectué avec un pilotage $\frac{\dot{h}}{h}$ constant, alors d'une part l'effort est proportionnel au carré de la pénétration

comme dans le cas d'un essai d'indentation conique sur un matériau élastique-plastique et d'autre part la dureté est constante quelle que soit la pénétration (Figure 73).

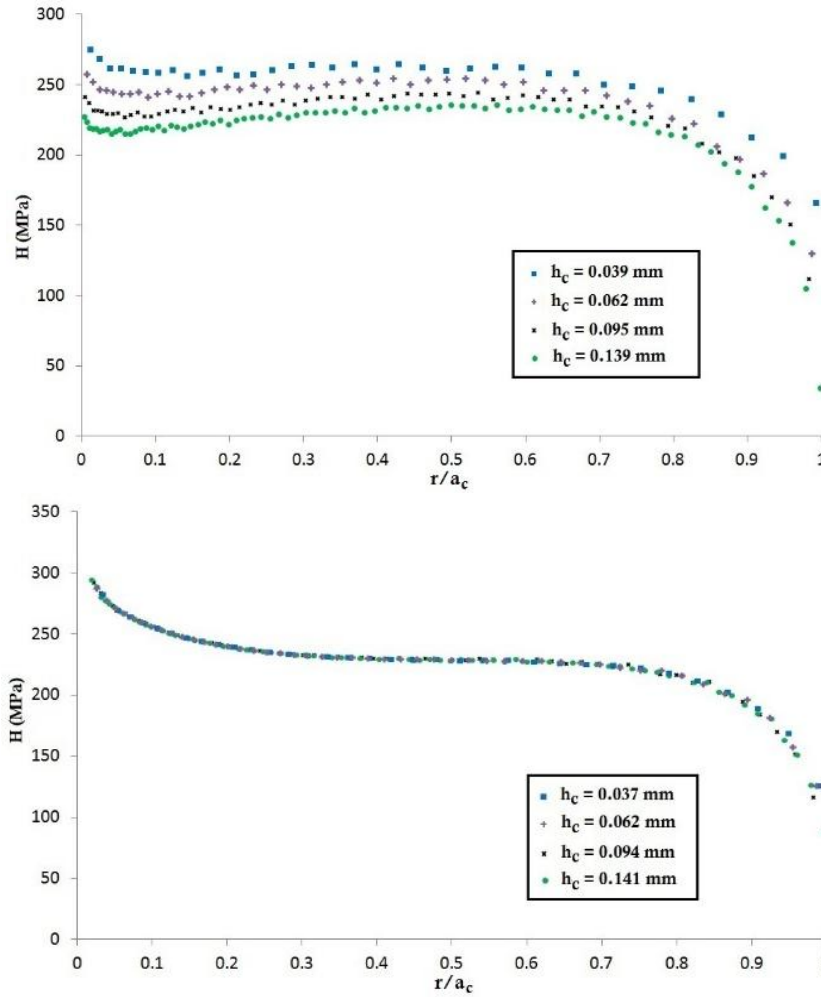


Figure 73: Pression moyenne d'indentation obtenue par simulation numérique d'un essai d'indentation conique pour différentes hauteurs de contact h_c . En dessus, avec une vitesse de pénétration constante et en dessous, avec $\frac{\dot{h}}{h}$ constant (où a_c est le rayon de contact)

En utilisant les relations proposées par Cheng et al. la vitesse de déformation représentative calculée par la méthode du gradient pour le cas d'un matériau rigide viscoplastique non écrouissable est présentée dans la figure 74. Le résultat montre très bien que cette vitesse de déformation représentative dépend du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation donc ceci souligne encore le fait que le fond de la vallée dans le repère $\left(\ln\left(\frac{K}{E}\right), m \right)$ n'est pas linéaire.

Pour m supérieur à 0,12, la variation du rapport entre la vitesse de déformation représentative et

$\frac{\dot{h}}{h}$ corrèle avec les résultats proposés par Kermouche et al. [117]. Ce résultat montre aussi que le calcul de la vitesse de déformation représentative est possible pour des faibles valeurs de m .

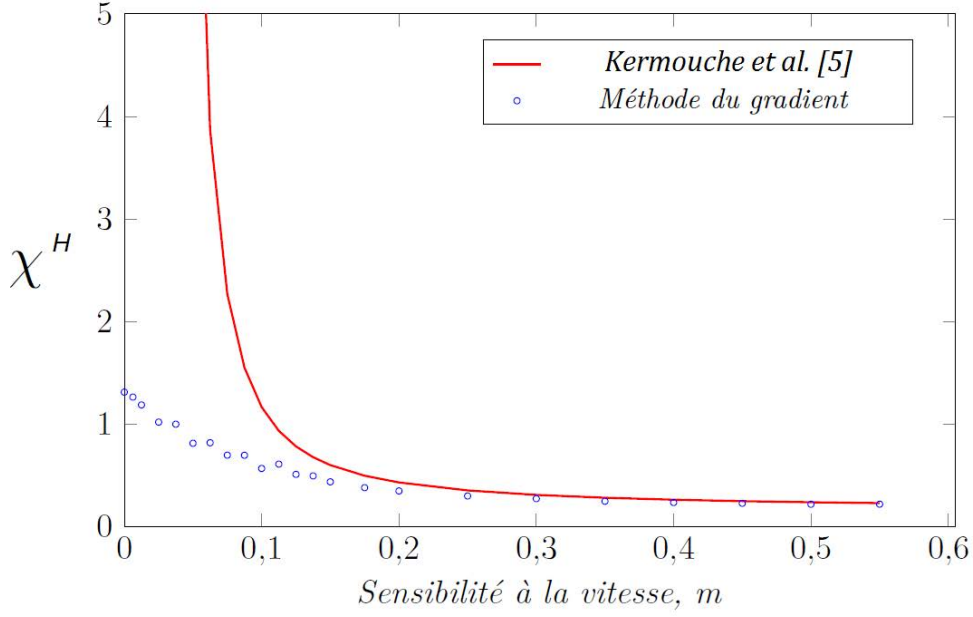


Figure 74: Variation de $\chi^H = \frac{\dot{\epsilon}_{RP}^H}{\left(\frac{\dot{h}}{h}\right)}$ en fonction du coefficient de sensibilité à la vitesse de

déformation m obtenue à partir des simulations numériques de l'essai d'indentation conique

$$(\theta = 70,3^\circ) \text{ et } \frac{\dot{h}}{h} = 5,585 \text{ s}^{-1}$$

En combinant sensibilité à la vitesse de déformation et coefficient d'érouissage mais toujours dans le cas d'un matériau rigide, on peut alors tracer une cartographie de la déformation représentative et de la vitesse de déformation représentative. Dans ce cas, l'effort d'indentation F peut être exprimé par :

$$F = f(K, m, n, h, \dot{h}, \nu, \mu, \theta) \quad (4.29)$$

En utilisant toujours l'analyse dimensionnelle et le Π -théorème, l'effort et la dureté sont donnés par :

$$\begin{cases} F = K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m \Pi_L(m, n, \theta) h^2 \\ H = K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m \Pi_H(m, n, \theta) \end{cases} \quad (4.30)$$

D'après le principe de base qui stipule que la dureté et la courbure d'indentation sont proportionnelles à la contrainte d'écoulement, on peut écrire que :

$$\ln \left[\frac{(H \text{ ou } C_L)}{K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m} \right] = m \ln \chi_R^{(H)} + n \ln \varepsilon_{RP}^{(H)} + \ln(C_F \text{ ou } \Pi_1) \quad (4.31)$$

Où $C_L = \frac{F}{h^2}$ et $\chi_R^{(H)} = \frac{\dot{\varepsilon}_{RP}^{(H)}}{\left(\frac{\dot{h}}{h} \right)}$.

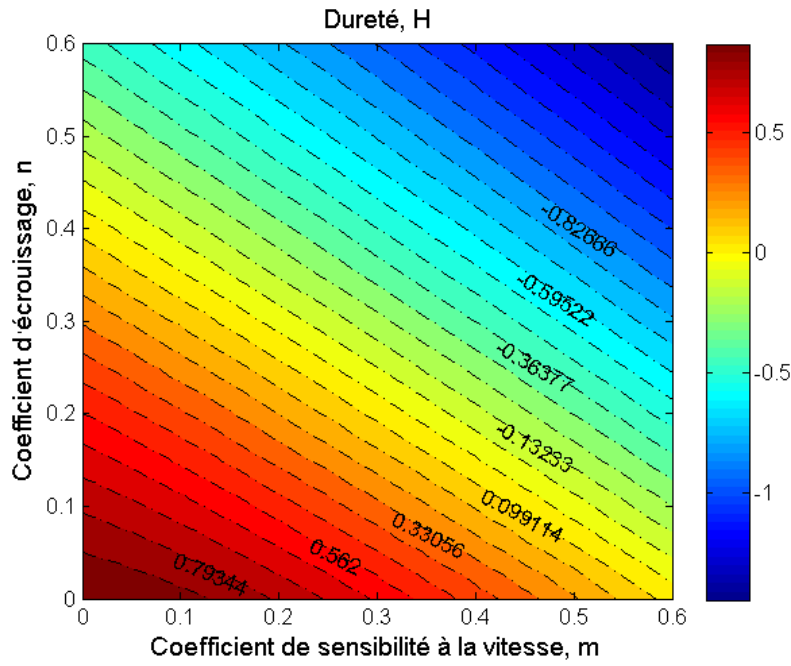


Figure 75: Variation $\ln \left(\frac{H}{K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m} \right)$ en fonction du coefficient d'écrouissage n et de la sensibilité à la vitesse de déformation m

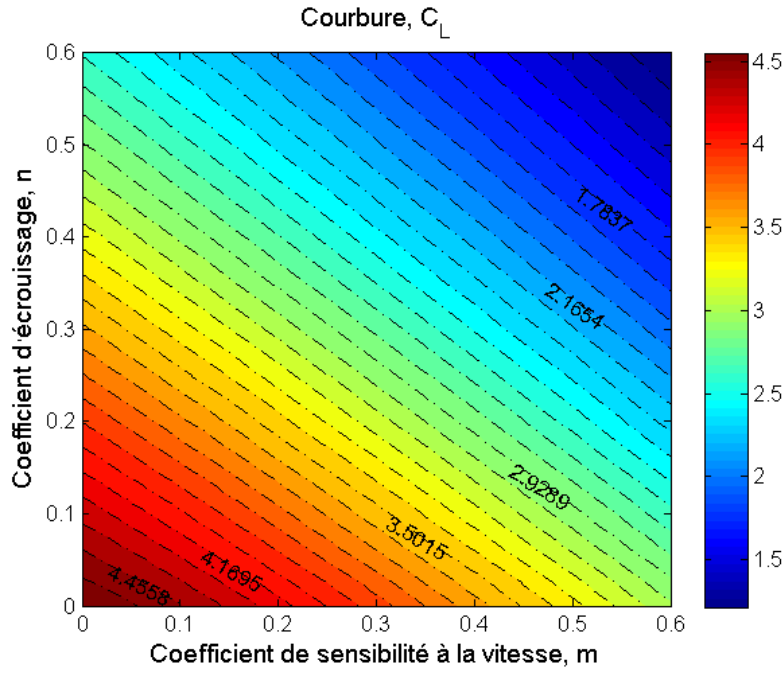


Figure 76 : Variation de $\ln \left(\frac{C_L}{K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m} \right)$ en fonction du coefficient d'érouissage n et de la sensibilité à la vitesse de déformation m

L'équation (4.31) montre que si χ et la déformation représentative sont constants alors le logarithme de la dureté ainsi que le logarithme de la courbure varient linéairement dans le repère (n, m) . Dans les figures 75 et 76, les tirets discontinus représentent les iso valeurs qui devront être représentées par des droites si la distribution est linéaire. Par ailleurs, la déformation représentative et la vitesse de déformation représentative n'est donc pas constante.

Pour faire une première approximation, nous allons considérer que cette variation est localement linéaire. Pour cela, nous allons diviser l'espace (n, m) en plusieurs éléments ou mailles parallélépipédiques et nous allons supposer que la relation suivante est vérifiée pour chaque élément :

$$\ln \left[\frac{(H_i \text{ ou } C_{Li})}{K_i \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^{m_i}} \right] = m_i \alpha + n_i \beta + \gamma \quad (4.32)$$

Où i représente l'indice des sommets de chaque élément. Ainsi, les valeurs de la déformation représentative et de la vitesse de déformation représentative s'obtiennent en calculant les coefficients α , β et γ pour chaque élément.

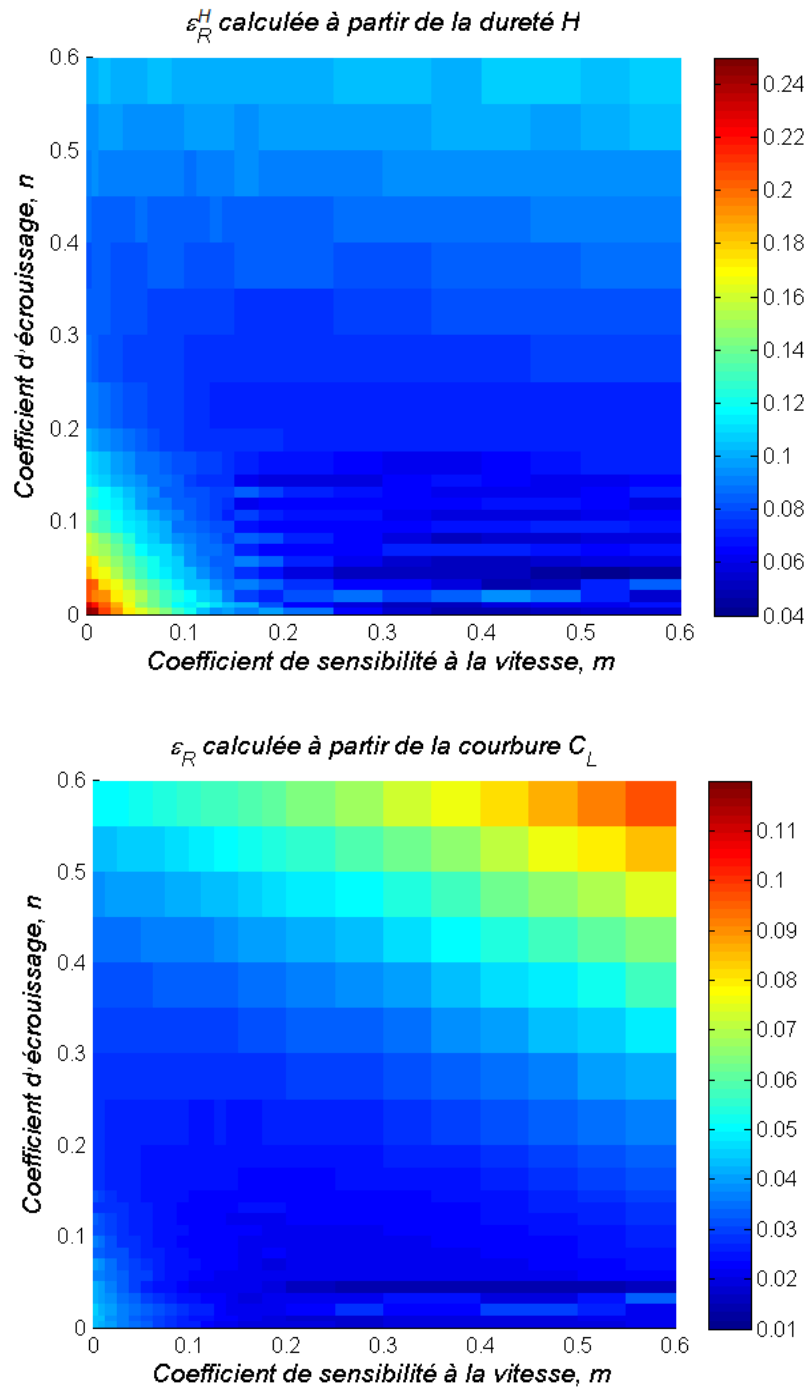


Figure 77 : Déformation représentative calculée à partir de la dureté et de la courbure

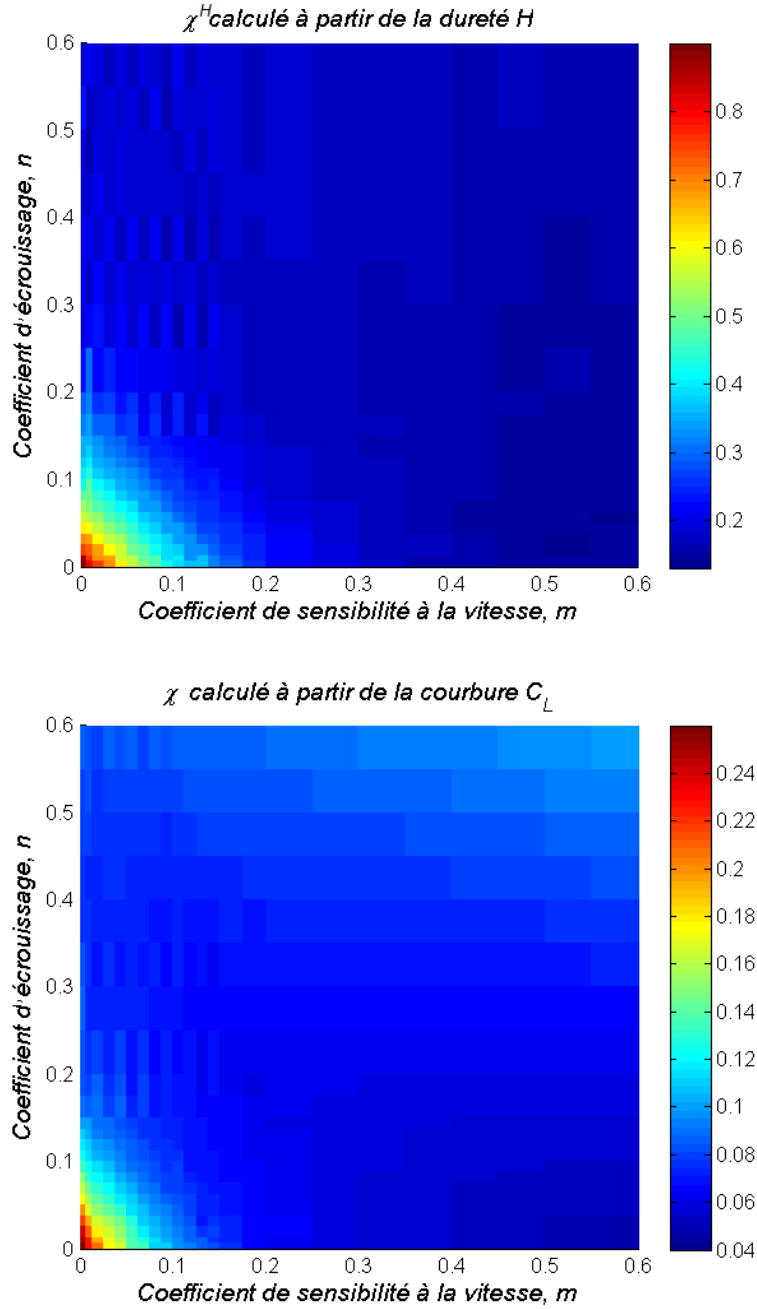


Figure 78: χ calculé à partir de la dureté et de la courbure

D'après les Figures 77 et 78, la déformation et la vitesse de déformation représentative varient en fonction du coefficient de sensibilité à la vitesse m et du coefficient d'écroutissage n pour une valeur de $\frac{\dot{h}}{h}$ et un angle de cône donnés. En ce qui concerne les résultats obtenus à partir de la dureté, la déformation et la vitesse de déformation représentative semblent être constants pour une grande partie de l'espace (m, n) . Néanmoins, pour des faibles valeurs de m et de n , on constate que la variation est non négligeable. Ce résultat soulève le fait que le fond du domaine de solution n'est pas droit et qu'il est impossible de déterminer les paramètres rhéologiques du

matériau à partir d'un seul angle de cône et d'un seul pilotage $\frac{\dot{h}}{h}$ constante. La solution est alors d'enrichir d'avantage la base expérimentale en utilisant d'autres angles de cône et plusieurs valeurs de $\frac{\dot{h}}{h}$.

Comme nous l'avons déjà évoqué précédemment, le concept de déformation représentative que nous avons défini consiste à exploiter la réponse globale de la matière sous l'indenteur. Il est évident que la réponse d'un matériau rigide viscoplastique n'est pas du tout la même que celle d'un matériau élastique-viscoplastique comme la grande majorité des matériaux utilisés dans les applications industrielles. De même pour la déformation représentative et la vitesse de déformation représentative, les valeurs trouvées pour le cas rigide viscoplastique ne seront pas forcément les mêmes que pour le cas élastique-viscoplastique.

Par ailleurs, le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m peut être calculé sans avoir recours à la vitesse de déformation représentative pour le cas rigide viscoplastique (Figure 79).

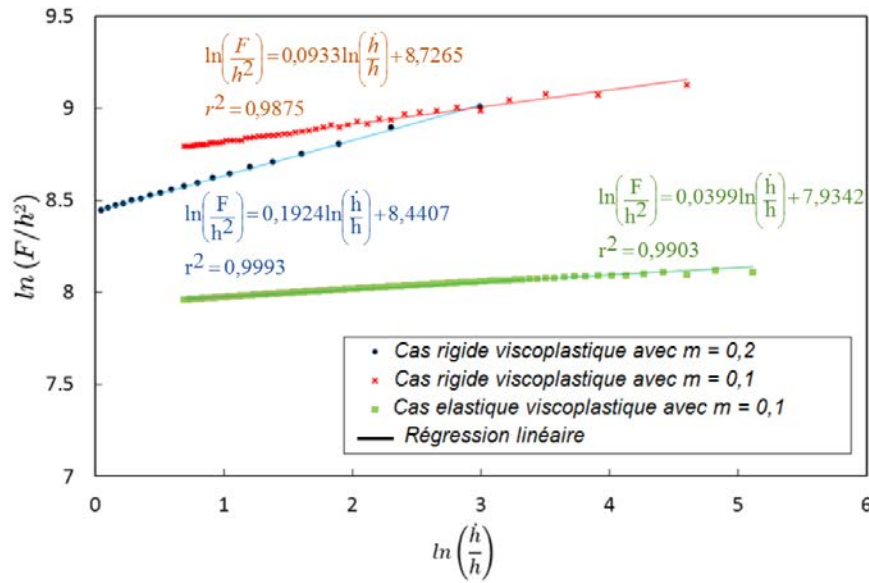


Figure 79: Comparaison sur le calcul du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m pour le cas rigide viscoplastique et le cas élastique-viscoplastique.

D'après l'équation (4.30), ce coefficient peut être facilement déduit de :

$$\frac{\partial \ln\left(\frac{F}{h^2}\right)}{\partial \ln\left(\frac{\dot{h}}{h}\right)} = m \quad (4.33)$$

Comme indiqué sur la figure 79, l'équation (4.33) n'est pas valide pour le cas élastique-viscoplastique et c'est ce qui nous motive à utiliser le concept de vitesse de déformation représentative.

3.4 Cas d'un matériau élastique-viscoplastique

Dès lors que l'on tient compte de la partie élastique, l'effort et la dureté en indentation conique peuvent être exprimés par :

$$\begin{cases} F = K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m h^2 \Pi'_L \left(m, n, \theta, \frac{K}{E} \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m \right) \\ H = K \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m \Pi'_H \left(m, n, \theta, \frac{K}{E} \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m \right) \end{cases} \quad (4.34)$$

Cette équation montre très bien que si le pilotage de l'essai est effectué en respectant $\frac{\dot{h}}{h}$ constant, alors ici encore l'effort sera proportionnel au carré de l'enfoncement et la dureté sera aussi constante comme dans le cas de l'indentation conique sur un matériau élastique-plastique.

Cependant dans le cadre de notre étude, nous allons nous intéresser au cas où l'essai d'indentation est réalisé avec une vitesse de pénétration constante pour des raisons de difficulté à contrôler l'asservissement de la machine d'indentation avec un pilotage $\frac{\dot{h}}{h}$ constant. Par conséquent la similitude avec une indentation conique élastique-plastique n'existe plus si l'on ne s'intéresse qu'à la courbure d'indentation et à la dureté.

Cependant d'après la Figure 80, le champ de la déformation plastique cumulée obtenu à partir de la simulation numérique d'un essai d'indentation piloté avec une vitesse de pénétration constante sur un matériau élastique-viscoplastique est homothétique quelle que soit la pénétration. Ceci montre que la similarité géométrique est vérifiée dans le cas du champ de déformation et donc la déformation représentative peut être considérée comme constante tout au long d'un essai d'indentation à vitesse de pénétration constante.

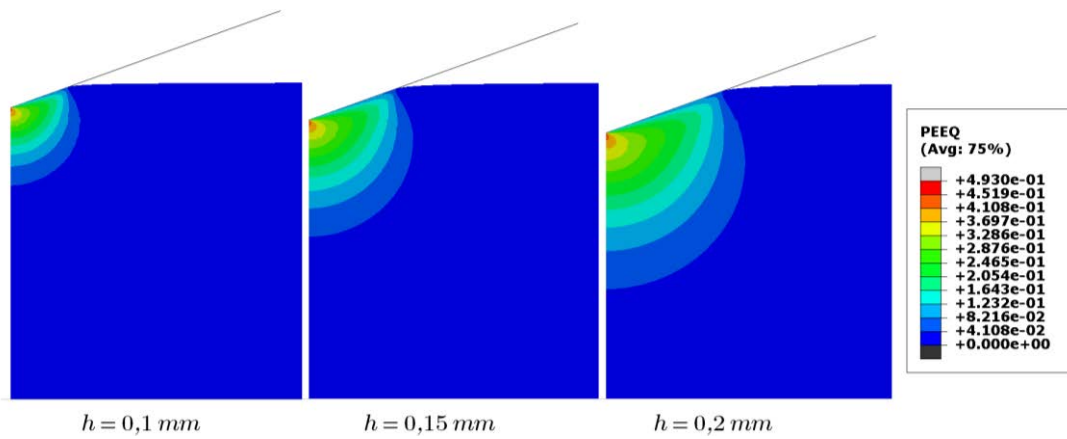


Figure 80: Champ de déformation plastique cumulée sous l'indenteur pour différents niveaux de pénétration, obtenu à partir de la simulation numérique de l'essai d'indentation conique ($\theta = 70,3^\circ$) piloté avec une vitesse de pénétration constante sur un matériau élasto-viscoplastique

De plus, la variation de la dureté et de la courbure d'indentation au cours d'un essai piloté à une vitesse de pénétration constante n'est pas due au champ de déformation mais plutôt au champ de vitesse qui n'est pas homothétique durant l'essai d'indentation, c'est ce qui a été montré numériquement par buaille et al. (Voir Figure 53 dans le chapitre 3). La Figure 81 montre très bien que la déformation représentative est indépendante de la pénétration mais dépend de la valeur des paramètres de la loi de comportement. Les bruits dans la Figure 81 sont des bruits dus au maillage du modèle numérique d'indentation.

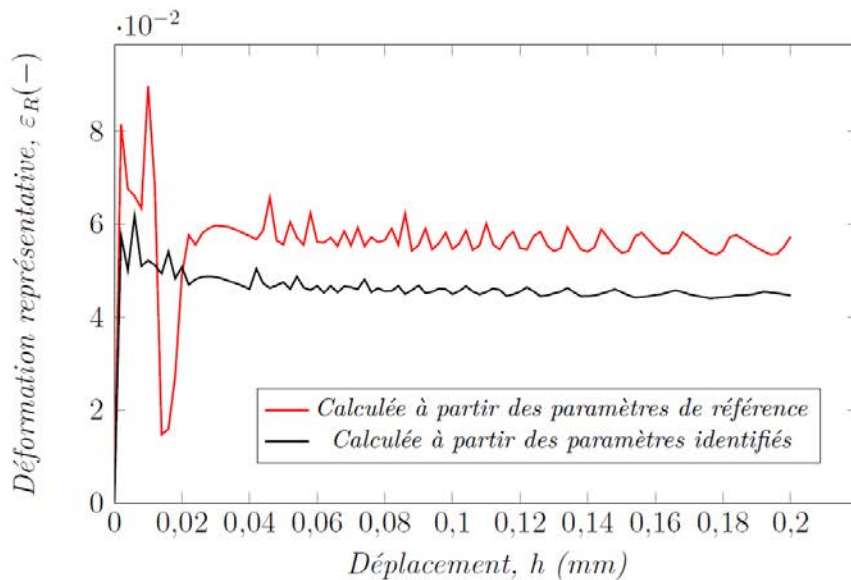


Figure 81: Déformation représentative calculée à partir de la relation 4.21 en fonction de la pénétration h

Ainsi, la déformation représentative peut être laissée de côté pour ne traiter dans un premier temps que la vitesse de déformation représentative. Un raisonnement parallèle peut donc être

établie entre la déformation représentative d'un matériau élastique-plastique obtenue à partir d'un essai d'indentation sphérique et la vitesse de déformation représentative obtenue sur un matériau élastique-viscoplastique par indentation conique avec une vitesse de pénétration constante.

Dans le cas de l'indentation sphérique sur un matériau élastique-plastique, la déformation représentative varie en fonction du rapport $\frac{h}{R}$. Autrement dit, pour chaque degré de pénétration ou bien chaque niveau d'effort, en utilisant ce concept de déformation représentative, on a une valeur de déformation représentative puisque la fonction coût tient compte des valeurs de la courbe d'indentation entre $\frac{h}{R}=0$ et la profondeur maximale h_{max} considérée.

Dans la figure 82 est présentée la variation de $(\dot{\epsilon}_{RP} \tan \theta)$ lors d'une indentation conique sur un matériau élastique-viscoplastique calculée en utilisant la relation (4.22) pour les paramètres de référence. Cette figure montre que la vitesse de pénétration varie en fonction de la pénétration. L'idée est alors d'utiliser une vitesse de déformation représentative moyenne associée aux vitesses de pénétration de l'indenteur. En revanche, elle est proportionnelle à l'angle du cône.

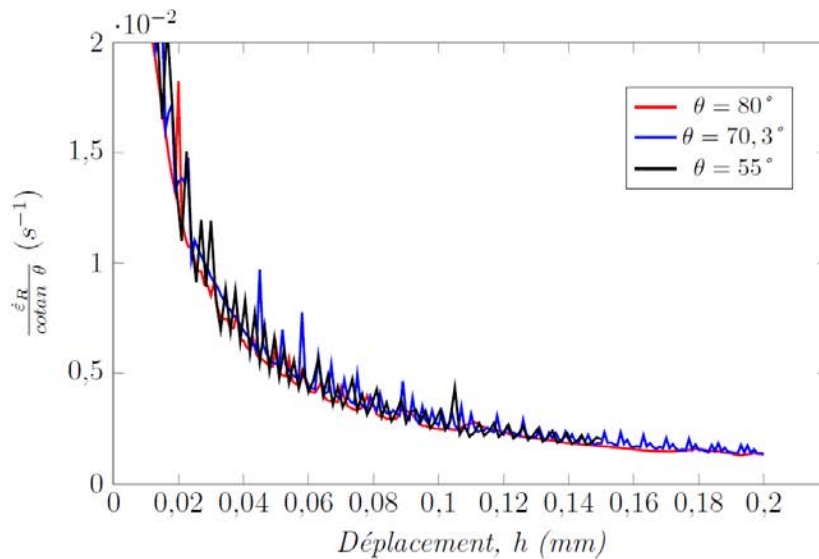


Figure 82 : Vitesse de déformation représentative en fonction de la pénétration calculée à partir de la relation (4.22)

3.4.1 Vitesse de déformation représentative moyenne

Dans ce chapitre, nous allons définir une vitesse de déformation représentative moyenne qui est associée à une profondeur de pénétration donnée. Cette vitesse de déformation représentative dépendra de la forme de la fonction coût choisie et elle intégrera toutes les informations de la

courbe d'indentation jusqu'à l'enfoncement considéré. Dans ce cas, la relation (4.12) peut être écrite sous la forme suivante :

$$\ln\left(\frac{\sigma_{RM}}{E}\right) = m \ln(\dot{\varepsilon}_{RPM}) + n \ln(\varepsilon_{RP}) + k \quad (4.35)$$

Avec σ_{RM} , $\dot{\varepsilon}_{RPM}$ et ε_{RP} sont respectivement la contrainte représentative moyenne, la vitesse de déformation représentative plastique moyenne associée à la vitesse de pénétration de l'essai et la déformation représentative plastique associée à l'angle du cône.

En posant $\Sigma = n \ln \varepsilon_{RP} + k$, l'ensemble des k et m donnant des courbes d'indentation proches pour une valeur de n fixe est donné par :

$$m = -\frac{1}{\ln(\dot{\varepsilon}_{RM})} \Sigma + \frac{\ln\left(\frac{\sigma_{RM}}{E}\right)}{\ln(\dot{\varepsilon}_{RM})} \quad (4.36)$$

Ainsi, la vitesse de déformation représentative plastique moyenne est alors donnée par :

$$\dot{\varepsilon}_{RM} = \exp\left(-\frac{1}{\tan \omega}\right) \quad (4.37)$$

La figure 83 montre que la vitesse de déformation représentative moyenne associée à la vitesse de pénétration de 0,1 $\mu\text{m/s}$ correspond à la direction du fond de la vallée dans le repère (Σ, m) .

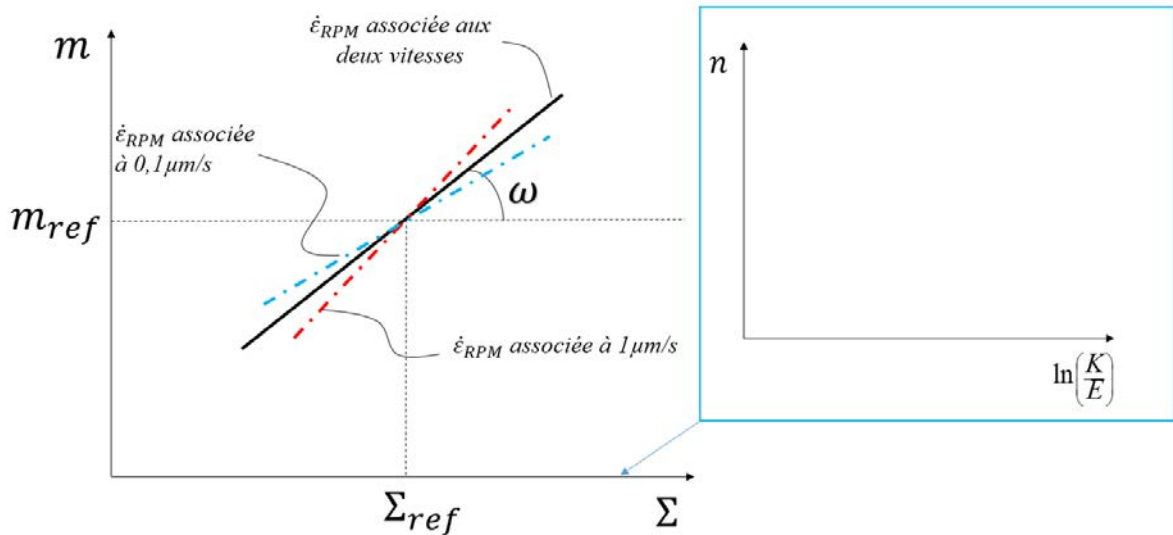


Figure 83: Schéma représentatif de la « dualité » entre le plan $\left(\ln\left(\frac{K}{E}\right), n\right)$ et l'axe Σ , de la vitesse de déformation représentative moyenne au voisinage de la solution m_{ref} et Σ_{ref}

Nous allons utiliser la matrice Hessienne pour calculer une vitesse de déformation représentative moyenne. Dans le cadre de ce travail, la matrice Hessienne au voisinage de la solution a été calculée en utilisant une approximation par différence finie[132].

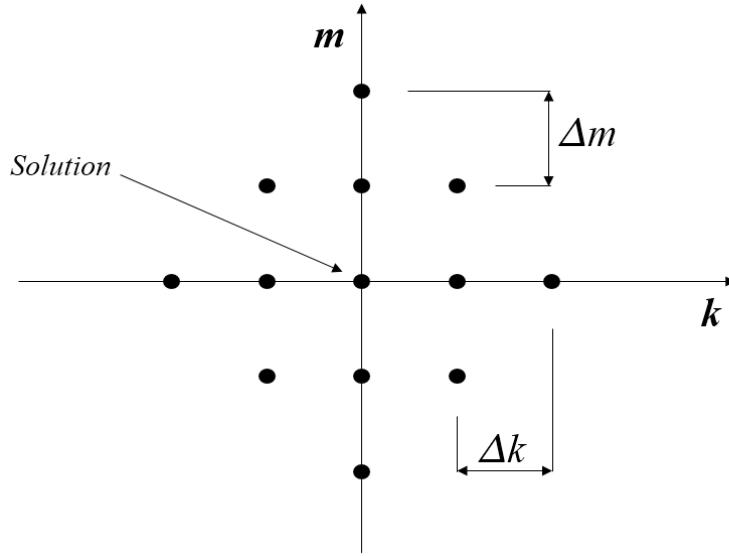


Figure 84: Représentation schématique du principe de calcul de la matrice Hessienne au voisinage de la solution

Ainsi, les composantes de la matrice Hessienne au voisinage de la solution sont obtenues par :

$$\begin{cases} \frac{\partial^2 Q_{0,0}}{\partial k^2} = \frac{-Q_{2,0} + 16 Q_{1,0} - 30 Q_{0,0} + 16 Q_{-1,0} - Q_{-2,0}}{12 \Delta k^2} \\ \frac{\partial^2 Q_{0,0}}{\partial m^2} = \frac{-Q_{0,2} + 16 Q_{0,1} - 30 Q_{0,0} + 16 Q_{0,-1} - Q_{0,-2}}{12 \Delta m^2} \\ \frac{\partial^2 Q_{0,0}}{\partial k \partial m} = \frac{Q_{1,1} + Q_{-1,-1} - Q_{1,-1} - Q_{-1,1}}{4 \Delta k \Delta m} \end{cases} \quad (4.38)$$

L'indice (0,0) fait référence aux coordonnées de la solution dans la figure 85.

On choisissant le vecteur propre noté $\vec{v}_{\lambda_{\min}} = \begin{pmatrix} v_k \\ v_m \end{pmatrix}$ de la matrice Hessienne correspondant à la valeur propre la plus faible. Alors la vitesse de déformation représentative moyenne est également donnée par la relation :

$$\dot{\epsilon}_{RM} = \exp\left(\frac{v_k}{v_m}\right) \quad (4.39)$$

La figure 85 montre la vitesse de déformation représentative moyenne associée à chaque vitesse d'essai au voisinage de la solution. Pour rappel on montre également sur cette figure la vitesse de

déformation représentative qui varie en fonction de la profondeur de pénétration obtenue par la méthode du gradient (figure 82). La vitesse de déformation représentative moyenne associée à la vitesse de pénétration de $1 \mu\text{m/s}$ intersecte la courbe de la vitesse de déformation représentative calculée pour cette même vitesse de pénétration. La fonction objective choisie donne plus de poids à la partie de la courbe correspondant aux efforts importants, en conséquence, on observe bien une vitesse de déformation représentative moyenne proches des valeurs de la vitesse de déformation représentative obtenue pour des valeurs de déplacement importantes.

Le choix de la fonction objective associée aux deux vitesses de pénétration pour le calcul de la vitesse de déformation représentative moyenne donne une valeur intermédiaire aux deux vitesses de déformation représentatives moyenne obtenue lorsqu'une seule vitesse de déplacement est prise en compte.

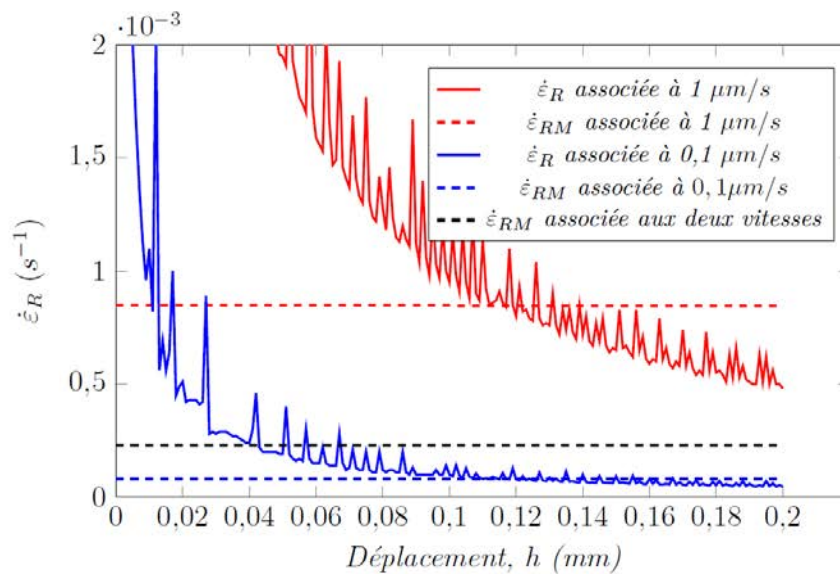


Figure 85: Vitesses de déformations représentatives moyennes associées aux vitesses de pénétration de l'essai d'indentation calculée à partir des vecteurs propres de la matrice Hessienne au voisinage de la solution

La figure 86-a montre les directions du fond de la vallée associé à la vitesse de pénétration de $0,1 \mu\text{m/s}$ et $1 \mu\text{m/s}$ qui correspondent aux vitesses de déformation représentatives respectives à ces deux vitesses. Dans la figure 86-b, la direction de l'ellipse qui définit le domaine de solution obtenu par l'intersection des deux domaines associés aux deux vitesses de pénétration respectives correspond à la vitesse de déformation représentative moyenne associée à la combinaison des deux vitesses.

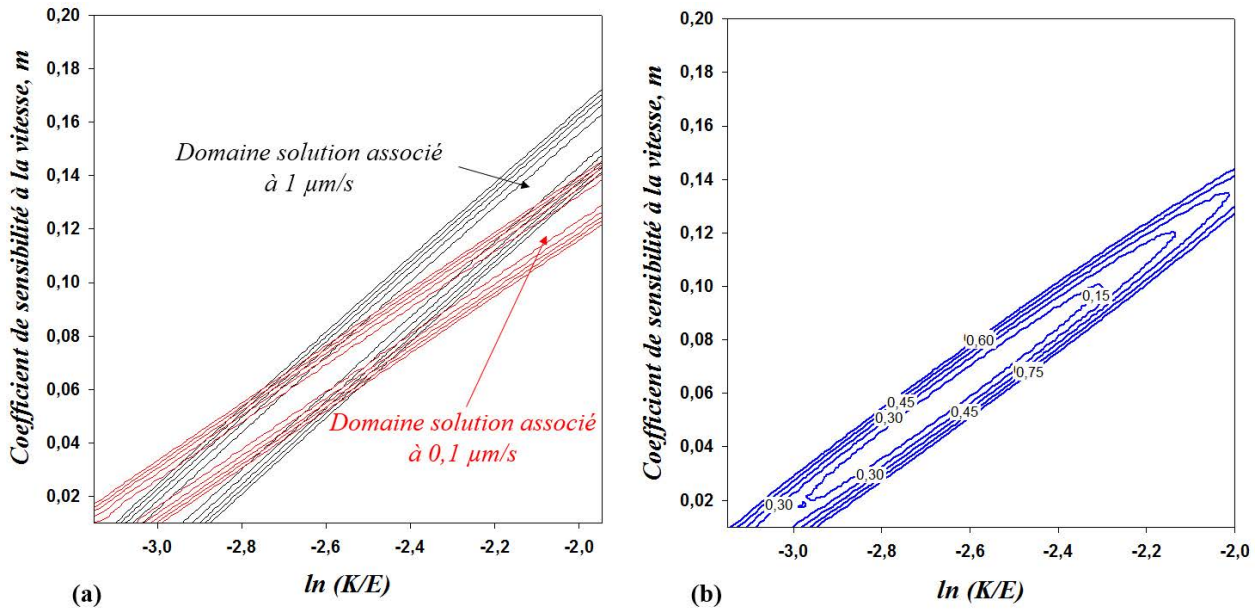


Figure 86: (a) Domaine de solution associé à la vitesse de pénétration de $1 \mu\text{m/s}$ et $0,1 \mu\text{m/s}$ montrant la vitesse de déformation représentative moyenne réelle obtenue à partir des courbes pseudo-expérimentales (b) Domaine de solution associé à l'ensemble des deux vitesses

D'après les résultats de l'identification inverse à partir des courbes pseudo-expérimentales, l'utilisation de deux vitesses de pénétration pour une indentation conique permet d'identifier le coefficient de sensibilité à la vitesse m . Etant donnée la similarité géométrique du champ de déformation, pour une valeur de n donnée il existe une valeur de K qui donne les mêmes courbes d'indentation. L'équation (4.36) montre très bien que faire varier la vitesse permet de déterminer m et n'affecte pas la déformation représentative. La similarité géométrique du champ de déformation permet de découpler le problème. Ainsi, si l'on ne s'intéresse qu'à deux courbes d'indentation conique obtenues à partir de deux vitesses de pénétration qui sont respectivement constantes, la déformation représentative, même si elle varie en fonction des paramètres matériaux et quelle que soit sa valeur, elle est constante pour un essai d'indentation donné et Σ traduit en quelque sorte la combinaison entre le coefficient d'écrouissage n et la consistance K qui donnent les mêmes courbes d'indentation.

3.4.2 Critère d'identifiabilité des variables à partir de la matrice Hessienne

Il est intéressant de définir un critère objectif permettant de savoir s'il est possible d'identifier de façon satisfaisante les différents paramètres. Selon Gujarati 2004 [133], le rapport des valeurs propre définie par la relation (4.40) constitue un critère pertinent. D'après Gujarati si J est inférieur à 2 cela indique que les variables sont faiblement corrélés synonyme de bonne identifiabilité au contraire pour J supérieur à 3 cela indique une grande corrélation des variables et donc une faible identifiabilité.

$$J = \log\left(\frac{\lambda_{\max}}{\lambda_{\min}}\right) \quad (4.40)$$

Si on applique ce critère aux exemples de la figure 87, on trouve $J = 3,38$ lorsqu'on considère simultanément les deux vitesses de pénétration ; ainsi, on peut espérer obtenir les valeurs optimales de K et m . Dans le cas où l'on ne considère qu'une seule vitesse, on a $J > 5$, l'application du critère montre clairement dans ce cas que l'on ne peut pas identifier les deux paramètres K et m .

3.4.3 Identification de m par régression elliptique

Cette méthode consiste à estimer à partir de la grille de calcul obtenue pour n fixe, les valeurs de k et m qui donnent les mêmes courbes d'indentation. Pour cela, nous allons nous inspirer de la méthode établie par Moussa et al.[129] mais en travaillant dans le repère (Σ, m) (figure 87). L'idée est de déterminer le domaine de solution en calculant la valeur de Q^M à partir de la base de donnée obtenue avec les 2 vitesses de pénétration et les 2 courbes d'indentation expérimentales obtenues dans les mêmes conditions cinématiques. En minimisant l'erreur entre Q^M et l'équation de l'ellipse, nous obtenons les coordonnées (Σ_{ref}, m_{ref}) du centre de l'ellipse qui représentent les paramètres du matériau : m_{ref} est son coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation et Σ_{ref} est un paramètre regroupant la combinaison entre la valeur de n avec laquelle la grille a été calculée et une valeur de K qui donnent les mêmes courbes d'indentation. La ligne directrice associée au grand axe de l'ellipse est définie par $\dot{\epsilon}_{RM}$ et les longueurs des axes de l'ellipse sont proportionnelle à la valeur de la fonction coût considérée.

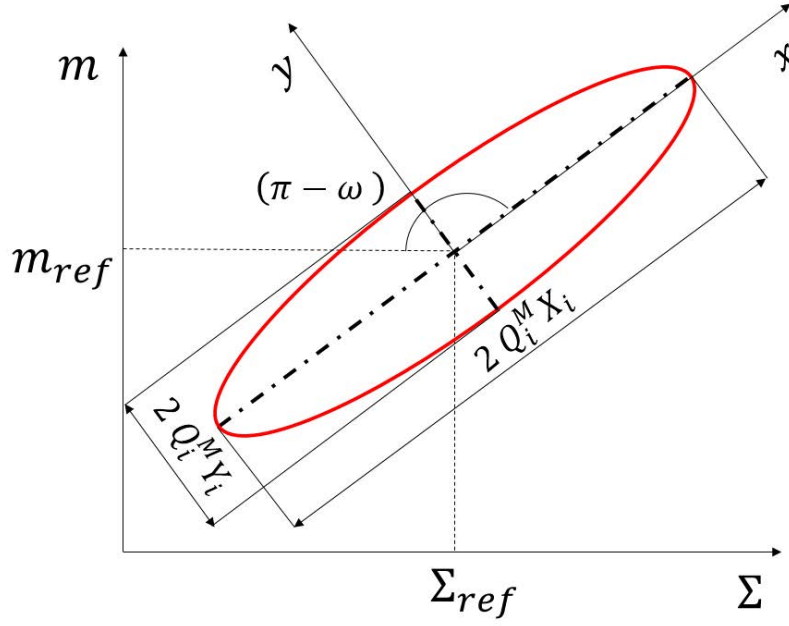


Figure 87: Représentation schématique de l'ellipse caractéristique des iso-valeurs de la fonction coût

L'équation réduite de l'ellipse est donnée par :

$$Q_{ellipse} = \left(\frac{x}{X} \right)^2 + \left(\frac{y}{Y} \right)^2 \quad (4.41)$$

Dans le repère (Σ, m) , il en résulte que :

$$\begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \omega & \sin \omega \\ -\sin \omega & \cos \omega \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \Sigma - \Sigma_{ref} \\ m - m_{ref} \end{pmatrix} \quad (4.42)$$

Finalement, le problème de l'identification de m dans l'espace (Σ, m) consiste à minimiser la quantité:

$$E = (Q_i^M - Q_{Ellipse}(\Sigma_{ref}, m_{ref}, \omega, X, Y))^2 \quad (4.43)$$

La figure 88 montre une bonne superposition entre les iso-valeurs de la fonction coût associée aux deux vitesses de pénétration, obtenue à partir de la grille et les courbes d'indentation de référence, et l'ellipse dont le centre est donné par les paramètres de référence.

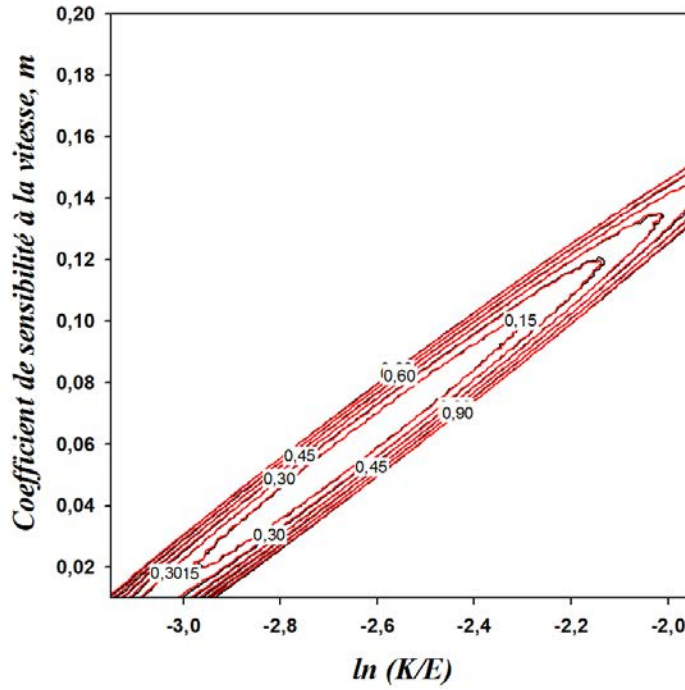


Figure 88: Comparaison entre les isovaleurs de la fonction coût et l'ellipse

Selon la relation (4.43) la vitesse de déformation représentative plastique moyenne dépend de la valeur de Σ_{ref} qui dépend de la déformation représentative, cependant cette dépendance est masquée puisque la vitesse de déformation représentative est calculée à partir de m_{ref} et Σ_{ref} .

Dans la variable $\Sigma_{ref} = n^* \ln \varepsilon_R + k^*$, le coefficient d'écrouissage n'a pas sa vraie valeur. Il en est de même pour la déformation représentative et la consistance k . Cependant, pour une valeur de n quelconque, il existe une valeur de k qui doit vérifier Σ_0 car ces paramètres appartiennent aux domaines de solutions. Selon la figure 89 et la relation (4.22), la vitesse de déformation représentative moyenne $\dot{\varepsilon}_{RPM}$ pour une valeur de m connu est la même quelle que soit la valeur de n à condition qu'on la calcule à partir de la valeur k donnant les mêmes courbes d'indentation.

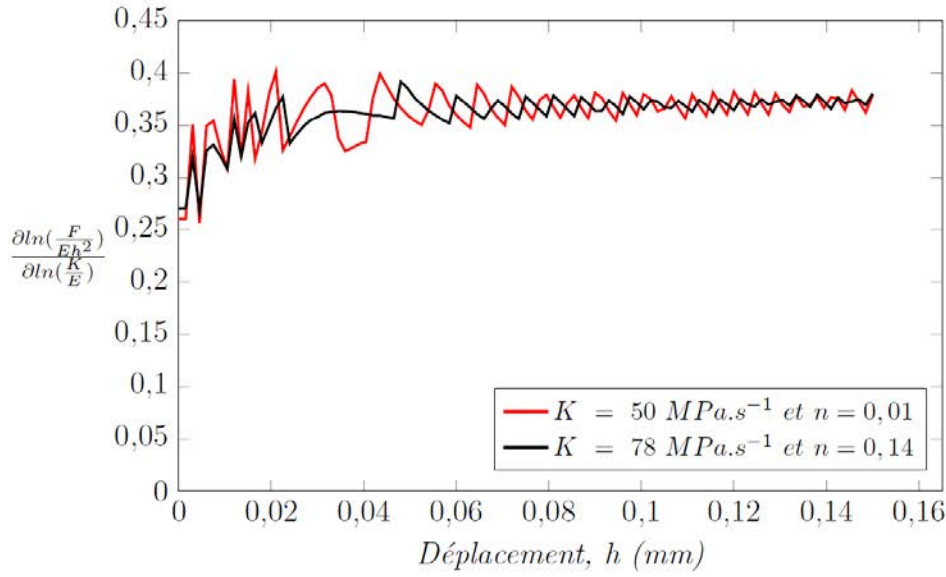


Figure 89: Evolution de $\frac{\partial \ln\left(\frac{F}{E h^2}\right)}{\partial \ln\left(\frac{K}{E}\right)}$ pour une même valeur de m et pour des courbes d'indentation suffisamment proches

Ainsi, si n^* est la valeur de n avec laquelle la grille a été calculée, la régression elliptique d'une courbe d'indentation quelconque dont le vrai coefficient d'écrouissage n_0 conduit au couple m_0 et Σ_{ref} , c'est-à-dire :

$$\ln\left(\frac{\sigma_{RM}}{E}\right) = m_{ref} \ln(\dot{\varepsilon}_{RPM}) + \Sigma_{ref} \quad (4.44)$$

Avec $\Sigma_{ref} = n^* \ln \varepsilon_{RP}^* + k^* = n_{ref} \ln \varepsilon_{RP} + k_{ref}$, ε_{RP}^* est la valeur de déformation représentative pour n^* et k^* . La valeur de n_{ref} sera déterminée par régression elliptique à partir d'une grille calculée à partir de deux cônes et une vitesse de pénétration fixe égale à 1 $\mu\text{m/s}$.

3.4.4 Critère d'identifiabilité à partir de la forme elliptique

Tout comme dans le cas de l'analyse inverse, il est intéressant de définir un critère d'identifiabilité des paramètres. Ainsi, nous avons choisi un critère I donnant pour une forme quadratique parfaite la même valeur par celle qu'on aurait obtenue par le critère J . Comme pour le critère J , on a donc une bonne identifiabilité des paramètres pour $I < 2$ et une faible identifiabilité pour $I > 3$.

$$I = 2 \log\left(\frac{X}{Y}\right) \quad (4.45)$$

Où X et Y sont respectivement la longueur du grand axe et la longueur du petit axe de l'ellipse (Voir la figure 87).

En appliquant ce critère au voisinage de la solution, on a $I = 3,55$ dans le cas où on considère deux vitesses de pénétration et $I > 5$ dans le cas contraire. Comme dans le cas du paramètre J , le paramètre I montre que l'on peut identifier deux paramètres avec la prise en compte de deux vitesses. Par contre les valeurs élevées du paramètre I obtenues pour une seule vitesse de pénétration indique clairement que l'on ne peut pas identifier les deux paramètres mais uniquement une relation entre ces deux paramètres.

3.4.5 Détermination du coefficient d'écrouissage n et de la consistance K

L'identification du coefficient d'écrouissage n est effectuée sur deux courbes d'indentation issues de deux angles de cônes avec la même vitesse de pénétration. Comme dans le cas précédent, on peut combiner K et m dans une variable que nous appellerons Φ_{ref} caractérisée par la vitesse de déformation représentative :

$$\ln\left(\frac{\sigma_{RM}}{E}\right) = n_{ref} \ln(\dot{\epsilon}_{RP}) + \Phi_{ref} \quad (4.46)$$

$$\text{Avec } \Phi_{ref} = m^* \ln \dot{\epsilon}_{RPM}^* + k^* = m_{ref} \ln \dot{\epsilon}_{RPM} + k_{ref}.$$

Ainsi, la détermination de la consistance k_{ref} peut se faire soit à partir de Σ_{ref} , n_{ref} et la déformation représentative associée à l'angle du cône avec lequel la grille à deux vitesses de pénétration a été calculée, soit à partir de Φ_{ref} , m_{ref} et la vitesse de déformation représentative moyenne associée à la vitesse avec laquelle la deuxième grille à deux angles de cône a été calculée.

L'application du critère d'identifiabilité à partir de la matrice Hessienne dans le cas où on considère simultanément deux angles de cône donne une valeur de $J = 3,08$.

Dans le tableau 11, sont présentées les différentes valeurs de la vitesse de déformation représentative moyenne et de la déformation représentative moyenne pour les paramètres de référence considérées.

		$\dot{h} = 1 \mu m.s^{-1}$	$\dot{h} = 0,1 \mu m.s^{-1}$	Deux vitesses
$\theta = 70,3^\circ$	$\dot{\epsilon}_{RPM} (s^{-1})$	$8,460 \cdot 10^{-4}$	$8,304 \cdot 10^{-5}$	$2,262 \cdot 10^{-4}$
$\theta = 80^\circ$		$4,166 \cdot 10^{-4}$	-	-
$\theta = 70,3^\circ$	ϵ_{RP}	0,0309	-	-
$\theta = 80^\circ$		0,0142	-	-
Deux Cônes		0,0168	-	-

Tableau 11 : Valeurs de la déformation représentative et de la vitesse de déformation représentative moyenne calculées au niveau des paramètres de référence et associées à chaque configuration d'essai d'indentation

Ainsi, nous pouvons calculer la contrainte représentative obtenue à partir de la vitesse de déformation représentative et la déformation représentative dans le tableau 11. Les valeurs de ces contraintes représentatives sont présentées sur une même figure que la simulation d'un essai de compression en utilisant les paramètres de référence pour montrer l'efficacité de la procédure et la cohérence du concept utilisé pour définir la déformation représentative et la vitesse de déformation représentative.

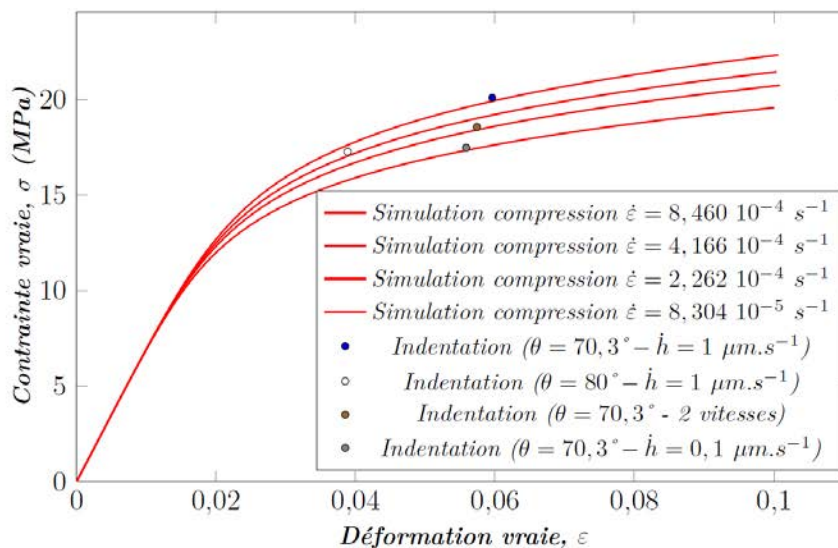


Figure 90: Comparaison des points représentatifs obtenus par indentation conique et la simulation d'un essai de compression avec les paramètres de référence à une vitesse de déformation égale à la vitesse de déformation représentative obtenue dans le tableau 11

4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons dans un premier temps montré que le coefficient de frottement de la Loi de Coulomb n'influe pas beaucoup sur la courbe force-déplacement obtenue par simulation numérique de l'indentation conique et sphérique à partir d'une loi puissance. Ainsi, nous avons effectué une identification par analyse inverse des paramètres de cette même loi de comportement et aussi de la loi de G'sell modifiée sur des courbes pseudo-expérimentales. Les résultats de cette identification nous montrent qu'il n'y pas unicité de la solution au niveau des paramètres associés à la déformation même en considérant un indenteur sphérique. Le constat est le même pour les deux lois. En revanche, le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation peut être identifié avec une très bonne précision lorsqu'on utilise deux vitesses de pénétration. C'est ce qui nous a amené à établir une procédure d'identification beaucoup plus approfondie en nous appuyant sur la similarité géométrique de l'indentation conique et du concept de la vitesse de déformation représentative moyenne et de la déformation représentative.

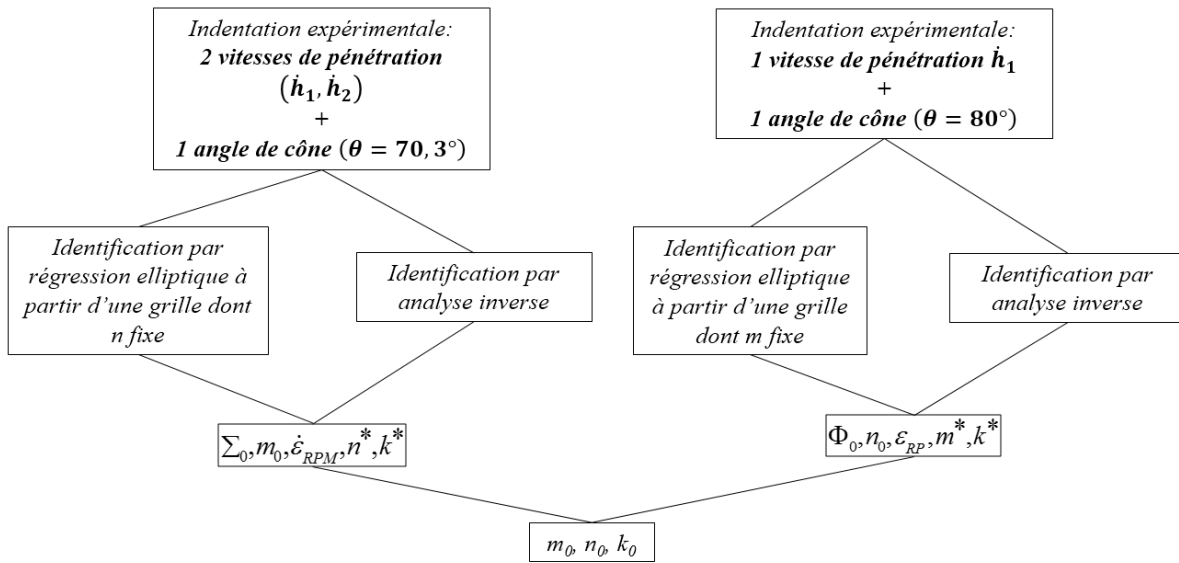


Figure 91: Procédure d'identification des paramètres par indentation conique

Cette procédure donne des résultats satisfaisants sur l'identification des paramètres à partir d'une courbe pseudo-expérimentale. De plus, le concept de vitesse de déformation représentative nous permet d'avoir une idée de la vitesse de sollicitation engendrée lors d'un essai d'indentation conique à une vitesse de pénétration constante.

Chapitre 5

Identification sur un matériau réel

Dans ce chapitre, des essais d'indentation expérimentaux ont été réalisés d'une part pour valider la théorie exposée dans le chapitre précédent, et d'autre part pour montrer tous les problèmes rencontrés lors de l'exploitation de l'essai et leur influence sur la crédibilité des résultats obtenus. Enfin, cette partie sera clôturée par une discussion par rapport aux limites de l'essai d'indentation.

1 Mesures expérimentales

1.1 Difficultés rencontrées lors de l'exploitation de la courbe d'indentation

De nombreuses causes peuvent être à l'origine des erreurs relatives à la courbe d'indentation expérimentale. On peut citer, par exemple, l'erreur due aux imperfections de la surface indentée qui à notre échelle de travail peut être rendue négligeable par un simple polissage, il y a aussi l'erreur due à l'estimation du "point-zéro" de la courbe force-déplacement qui est rendue aléatoire à cause des bruits du capteur d'effort (Figure 92). Cette dernière joue un rôle important si l'on veut exploiter deux courbes d'indentation obtenues à partir de deux vitesses de pénétration puisque le recalage ne pourra plus s'effectuer à partir de l'effort maximal.

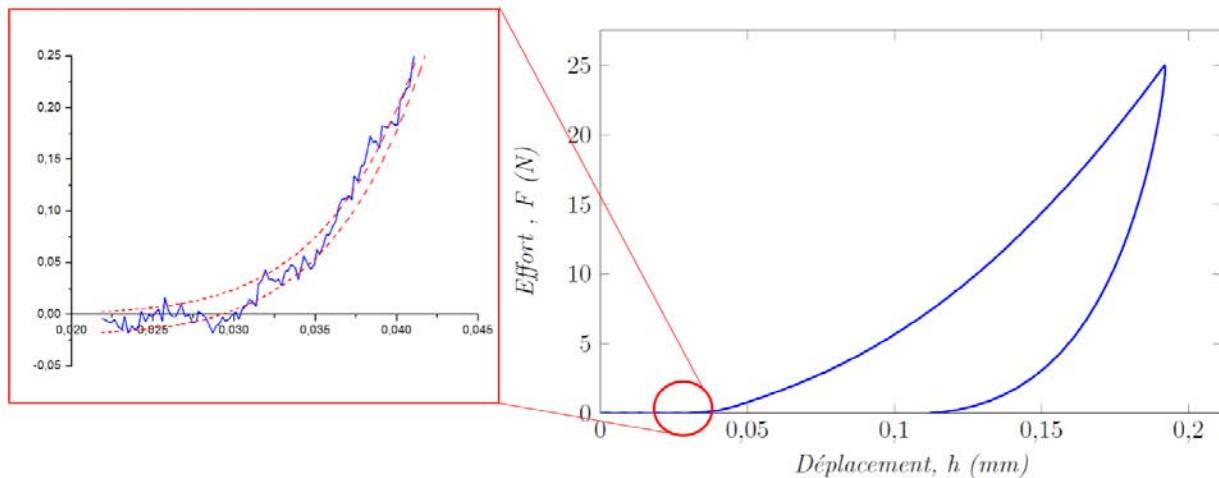


Figure 92: Courbe force-déplacement, obtenue à partir d'un essai d'indentation conique à une vitesse de pénétration de $1\mu\text{m/s}$, montrant la difficulté de la détermination du « point-zéro »

L'influence de l'erreur de la détermination de ce « point-zéro » sur l'identification par analyse inverse du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation est présentée en annexe et montre qu'une erreur de $2,5\text{ }\mu\text{m}$ sur la détermination de celui-ci peut engendrer une surestimation de presque 50 % sur la valeur de m identifiée. Dans le cadre de notre étude, nous avons choisi de filtrer numériquement les bruits par un traitement de signal en utilisant une transformation de

Fourier et c'est ce qui nous a permis de déterminer ce « point-zéro » en tenant compte du maximum d'information sur toute la partie de la courbe.

1.2 Exploitation des courbes force-déplacement en indentation

La figure 93 montre les différentes courbes d'indentation conique à différentes vitesses de pénétration sur le PEHD. Ces courbes montrent que le PEHD présente une sensibilité à la vitesse de déformation à température ambiante. De plus, pour chaque vitesse, au moins trois essais d'indentation ont été réalisés et les courbes obtenues donnent une bonne reproductibilité à l'échelle macroscopique bien que le matériau PEHD soit semi-cristallin.

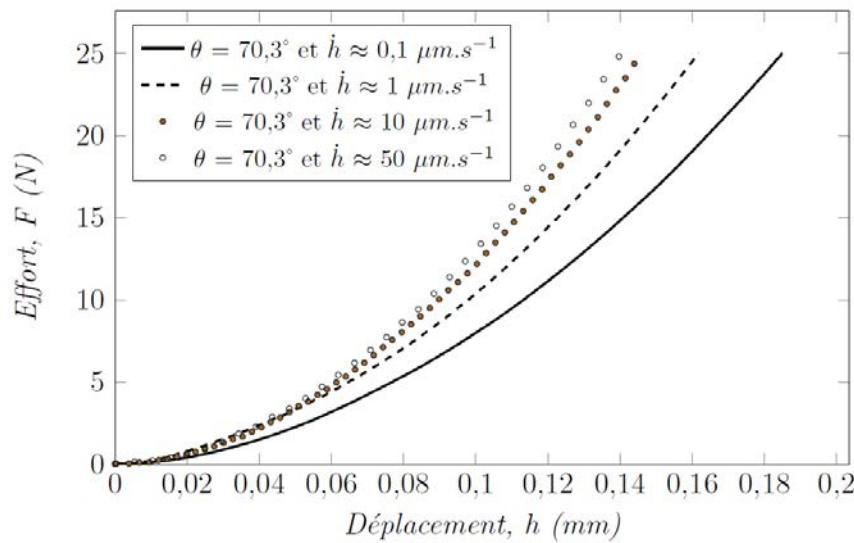


Figure 93: Courbes force-déplacement obtenues par indentation conique ($\theta = 70,3^\circ$) à différentes vitesses de pénétration constantes

Des essais d'indentation conique ont été également réalisés avec deux indenteurs coniques de demi-angle respectivement égale à $\theta = 70,3^\circ$ et $\theta = 80^\circ$ en considérant une vitesse de pénétration d'environ $1 \mu\text{m/s}$. Les courbes force-déplacement obtenues sont présentées dans la figure 94.

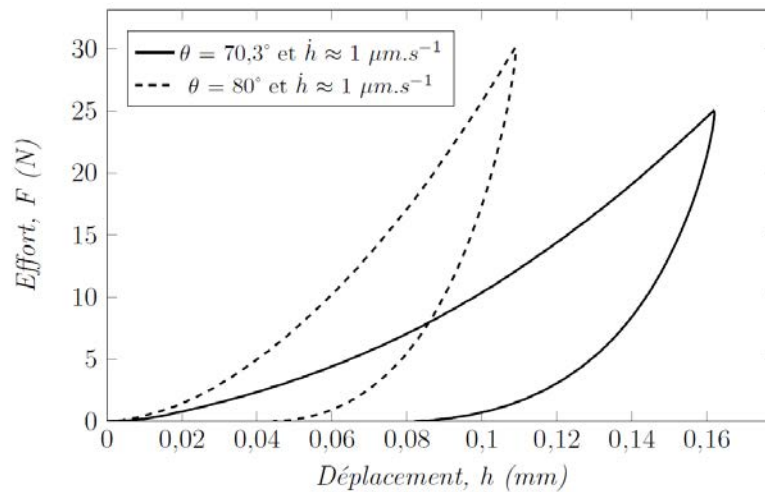


Figure 94 : Courbes force-déplacement obtenues en utilisant deux angles de cônes respectivement : $\theta = 70,3^\circ$ et $\theta = 80^\circ$

2 Résultats et discussion

2.1 Résultats de l'identification par analyse inverse à partir des courbes d'indentation expérimentales

La procédure d'identification par analyse inverse décrite dans le chapitre 4 a été appliquée ici sur les courbes expérimentales tout d'abord sur celle obtenues à différentes vitesses de pénétration, puis sur celles obtenues par deux angles de cônes.

2.1.1 Identification sur des courbes d'indentation à différentes vitesses de pénétration

L'utilisation des 4 courbes d'indentation obtenues à partir de 4 vitesses de pénétration différentes pose un problème à cause du fait qu'il n'existe pas de valeur de m capable de donner une superposition des courbes numériques et expérimentales pour les 4 vitesses en même temps. Ainsi, nous avons décidé de faire l'identification sur des sous-groupes de vitesses allant de 0,1 $\mu\text{m/s}$ à 50 $\mu\text{m/s}$. Les résultats de l'identification sont présentés dans le tableau 12.

Vitesses de pénétration \dot{h}	Paramètres de la Loi puissance identifiés			Fonction coût (N^2)
	K (MPa.s^m)	m	n	
$\sim 0,1 \mu\text{m/s}$ et $\sim 1 \mu\text{m/s}$	127,377	0,239	0,033	0,030
$\sim 1 \mu\text{m/s}$ et $\sim 10 \mu\text{m/s}$ et $\sim 50 \mu\text{m/s}$	88,763	0,200	0,059	0,045
$\sim 10 \mu\text{m/s}$ et $\sim 50 \mu\text{m/s}$	207,689	0,142	0,342	0,006

Tableau 12 : Valeur des paramètres de la loi puissance identifiées à partir des courbes d'indentation conique expérimentales ($\theta = 70,3^\circ$) obtenues pour différentes vitesses de pénétration.

Notons que la vitesse de pénétration expérimentale n'est pas tout à fait égale à la vitesse théorique que nous avons indiqué dans le tableau, cependant, les modèles numériques utilisés dans l'identification inverse tiennent compte du pilotage réel $h(t)$ enregistré lors de la réalisation des essais d'indentation expérimentaux.

D'après les résultats du tableau 12, on constate que la valeur du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation est surestimée par rapport à la valeur de $m = 0,06$ déterminée par compression dans le chapitre 2. A première vue, ces résultats semblent incohérents. Cependant, la valeur de 0,06 pour m a été obtenue par compression en minimisant l'écart au sens des moindres carrés sur l'ensemble de la courbe contrainte-déformation (allant jusqu'à environ 40 % de déformation), pour 4 vitesses de traverse constantes. En faisant la minimisation sur 10%, 5 % et 2,5% de déformation sur les courbes contrainte-déformation obtenues par compression, comme le montre la figure 95, on obtient des valeurs de m différentes.

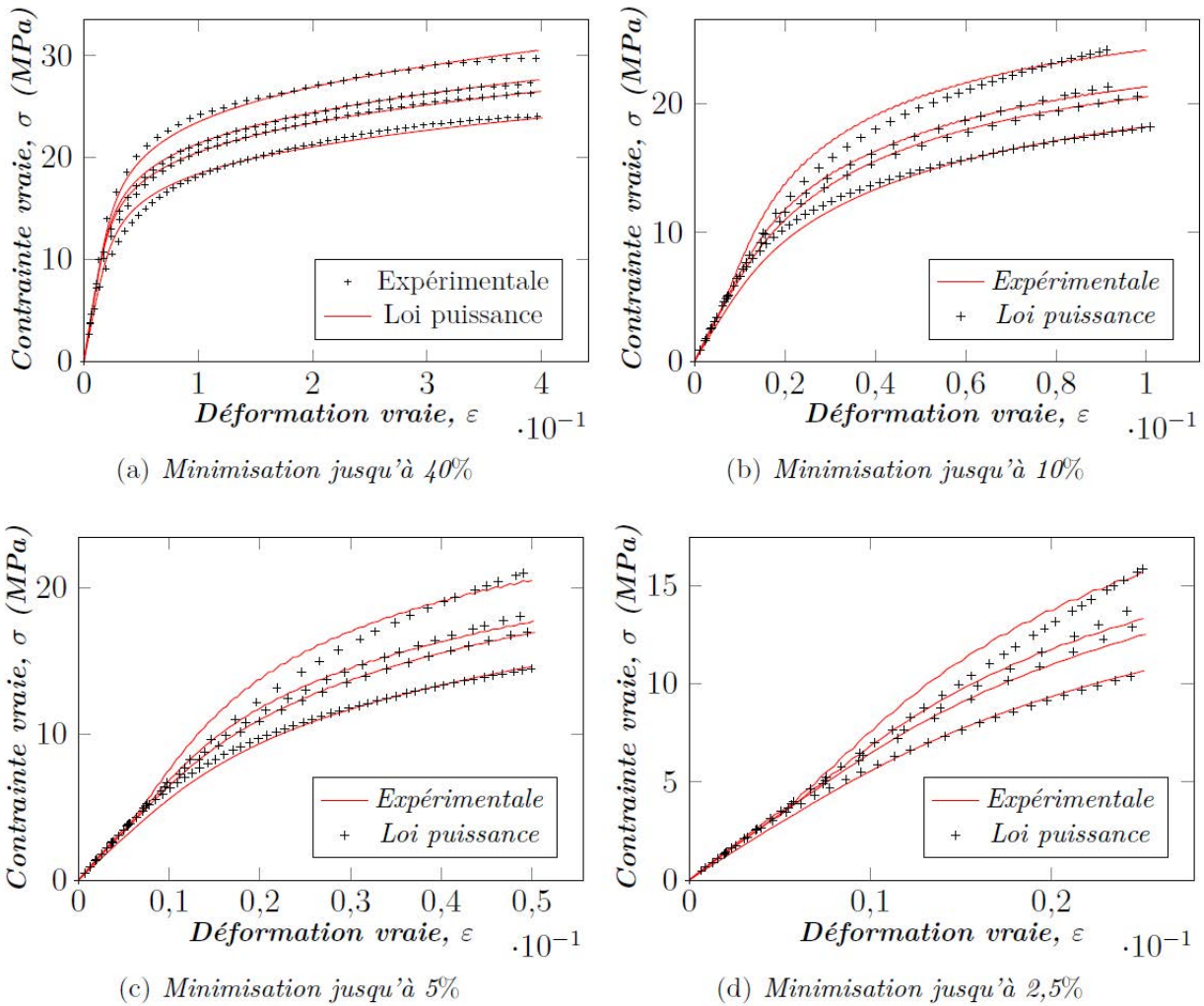


Figure 95: Comparaison, entre les différentes courbes contrainte-déformation obtenues à partir des dépouillements analytiques de l'essai de compression et le modèle obtenu par la loi puissance, pour différents domaines de déformation considérés

Le tableau 13 ci-dessous donne les valeurs des paramètres de la loi puissance selon le domaine de déformation considéré dans la procédure d'identification. On observe notamment que moins le domaine de déformation est étendu et plus le paramètres m augmente, se rapprochant ainsi de la valeur déterminée par indentation.

<i>Valeur de la déformation maximale considérée pour l'identification</i>	<i>K (MPa.s^{-m})</i>	<i>m</i>	<i>n</i>	<i>Fonction coût (-)</i>
$\varepsilon_{\max} = 40 \%$	48,552	0,063	0,143	0,454
$\varepsilon_{\max} = 10 \%$	69,831	0,087	0,209	0,379
$\varepsilon_{\max} = 5 \%$	110,672	0,123	0,254	0,519
$\varepsilon_{\max} = 2,5 \%$	470,534	0,234	0,355	0,701

Tableau 13 : Paramètres de la loi puissance identifiés à partir des courbes contrainte-déformation obtenue par dépouillement analytique de l'essai de compression selon la partie de la courbe considérée.

Pour pouvoir comparer les résultats obtenus à partir de l'indentation et ceux obtenus par compression, il faut d'une part se placer sur un domaine où la déformation en compression est de l'ordre de grandeur de la déformation représentative des essais d'indentation et d'autre part vérifier que la vitesse de déformation en compression soit comparable à la vitesse de déformation représentative en indentation à vitesse de pénétration constante.

2.1.2 Identification à partir des courbes d'indentation obtenues par deux angles de cône

Dans ce paragraphe, les résultats de l'identification par analyse inverse des paramètres à partir de deux courbes d'indentation obtenues en utilisant deux angles de cônes et une vitesse de pénétration sont présentés. Les paramètres identifiés de la loi puissance sont présentés dans le tableau 14.

<i>Demi-angle de cône θ</i>	<i>Paramètres de la Loi puissance identifiés</i>			<i>Fonction coût (N²)</i>
	<i>K (MPa.s^{-m})</i>	<i>m</i>	<i>n</i>	
$\theta = 70,3^\circ$ et $\theta = 80^\circ$	52,000	0,13	0,006	0,114
<i>Valeurs obtenues par compression</i>	48,558	0,063	0,143	

Tableau 14 : Résultats de l'identification par analyse inverse à partir de deux courbes d'indentation obtenues en utilisant deux angles de cônes et une vitesse de pénétration égale à $\dot{h} \approx 1 \mu\text{m} / \text{s}$.

On ne s'attend pas ici à trouver une valeur correcte de m comme pour le cas de l'identification à partir de courbes pseudo-expérimentales du chapitre précédent puisqu'on n'a utilisé ici qu'une seule vitesse de pénétration. En revanche, normalement, on devrait avoir ici une bonne identification au niveau des autres paramètres, or ce n'est pas le cas. De plus, il semble qu'on soit confronté à un problème de convergence puisque la valeur de la fonction coût reste assez élevée.

La figure 96 ci-dessous montre les courbes d'indentation force-déplacement expérimentales et celles obtenues à partir des paramètres identifiés par analyse inverse avec deux angles de cônes, présentés dans le tableau 14. On observe bien sur cette figure la non superposition des courbes d'indentation expérimentales et des courbes numériques avec les paramètres identifiés, qui témoigne des difficultés de convergence

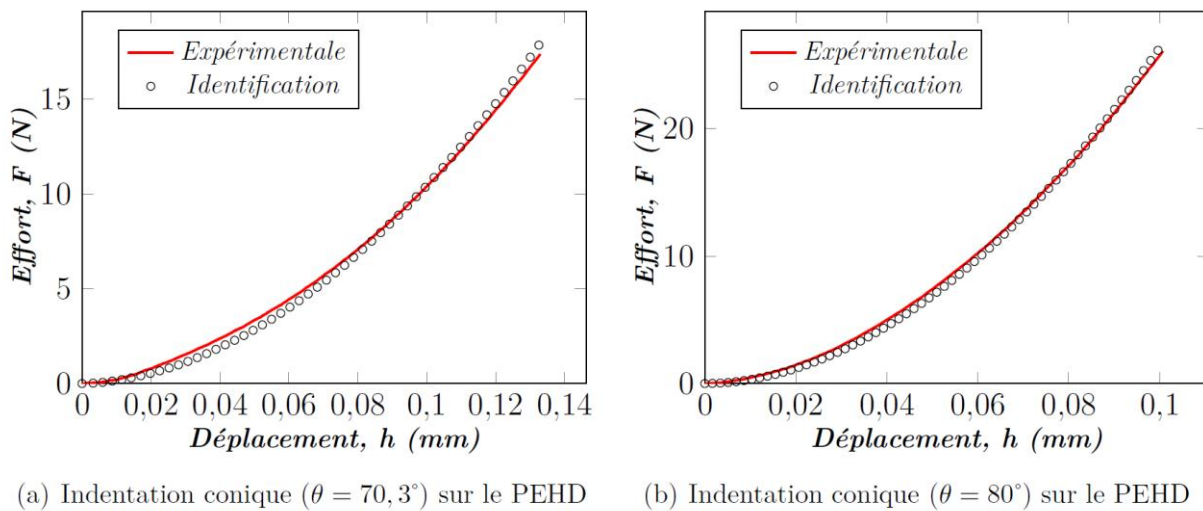


Figure 96: Comparaison entre les courbes force-déplacement expérimentales et celle obtenues à partir des paramètres identifiés par analyse inverse à partir de deux angles de cônes

On peut ici faire la même constatation que dans le cas de l'identification avec plusieurs vitesses. En effet, dans le cas où l'on cherche à trouver des paramètres donnant une courbe d'indentation suffisamment proche de celle obtenue à partir d'un seul cône et une seule vitesse de pénétration, on peut trouver des paramètres qui donnent des courbes d'indentation qui se superposent parfaitement (figure 97). En revanche, si l'on utilise deux courbes d'indentation obtenues à partir de deux cônes et la même vitesse de pénétration ou bien si l'on utilise deux courbes d'indentation obtenues à partir d'un seul cône mais avec deux vitesses de pénétration, alors on ne parvient pas à obtenir des courbes qui se superposent parfaitement. Ce problème semble venir du fait que la loi puissance n'est pas capable de décrire parfaitement le comportement du matériau sur une large plage de déformation et une large plage de vitesse de déformation.

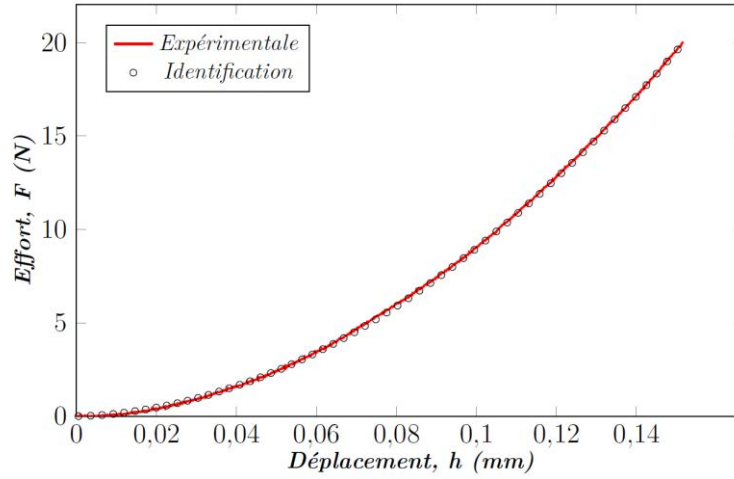


Figure 97: Comparaison entre une courbe d'indentation expérimentale et celle obtenue à partir des paramètres identifiés ($K = 40,288 \text{ MPa.s}^{-m}$, $m = 0,101$, $n = 0,073$) par analyse inverse en utilisant une seule courbe d'indentation ($\theta = 70,3^\circ$ et $\dot{h} \approx 1 \mu\text{m/s}$)

2.2 Déformation représentative et vitesse de déformation représentative moyenne

Dans un premier temps, nous allons utiliser la grille élaborée dans le chapitre précédent pour déterminer par régression elliptique la valeur du coefficient de sensibilité du PEHD. Cette grille a été obtenue à partir d'un modèle numérique caractérisé par des vitesses de pénétration égales à $\dot{h} = 0,1 \mu\text{m/s}$ et $\dot{h} = 1 \mu\text{m/s}$, or les vitesses de pénétration imposées par la machine d'indentation utilisée ne correspondent pas tout à fait à ces vitesses théoriques. Ainsi, la grille a été reconstruite sans avoir à effectuer de calculs numériques puisque d'après la relation (4.36) et comme le montre la figure 98 ci-dessous, on peut trouver, pour deux valeurs de \dot{h} différentes, les mêmes courbes d'indentation en jouant sur la valeur de K et en gardant la valeur de m constante, c'est-à-dire :

$$F = K_1 \dot{h}_1^m = K_2 \dot{h}_2^m \quad (5.1)$$

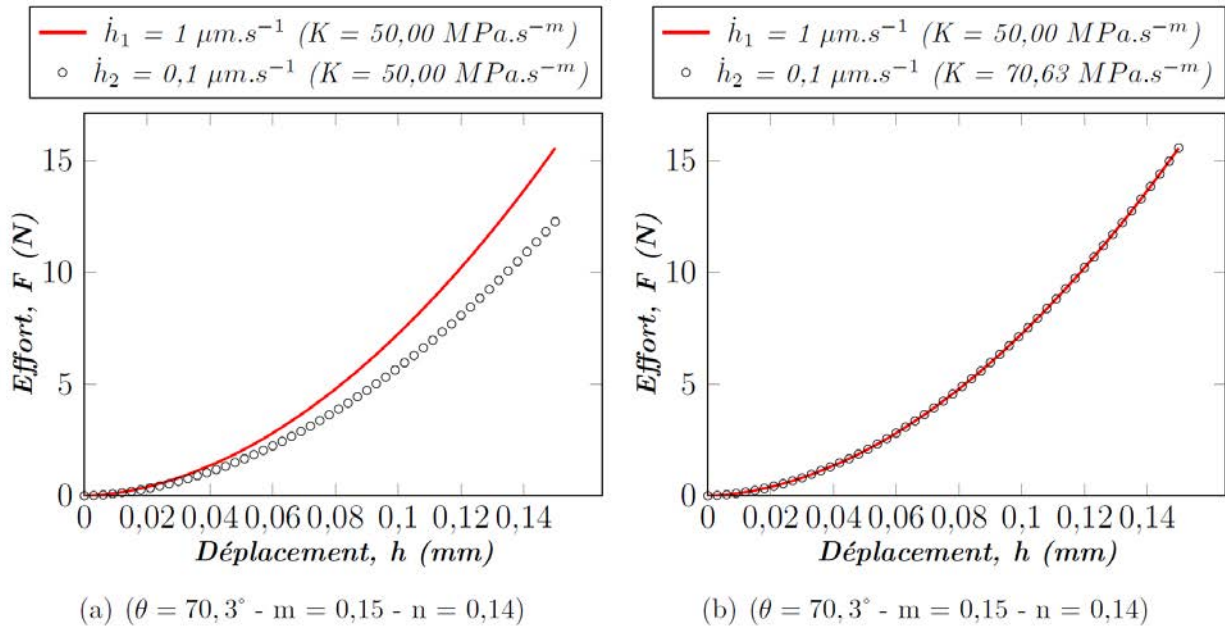


Figure 98: Courbes force-déplacement à différentes vitesses de pénétration obtenues par simulation numérique montrant la possibilité de trouver deux matériaux différents donnant deux courbes d'indentation à différentes vitesses de pénétration qui se superposent.

En connaissant \dot{h}_1 et \dot{h}_2 , on peut trouver une valeur de K qui donne théoriquement des courbes d'indentation qui se superposent.

En suivant cette procédure pour exploiter 2 courbes expérimentales d'indentation obtenues avec un indenteur conique ($\theta=70,3^\circ$) avec des vitesses de pénétration de $0,111 \mu\text{m/sec}$ et $0,88 \mu\text{m/sec}$, on obtient le domaine solution représenté sur la figure 99, issu de la grille reconstruite pour les vitesses expérimentales spécifiques imposées lors des essais et des courbes d'indentation expérimentales correspondant à ces deux vitesses de pénétration.

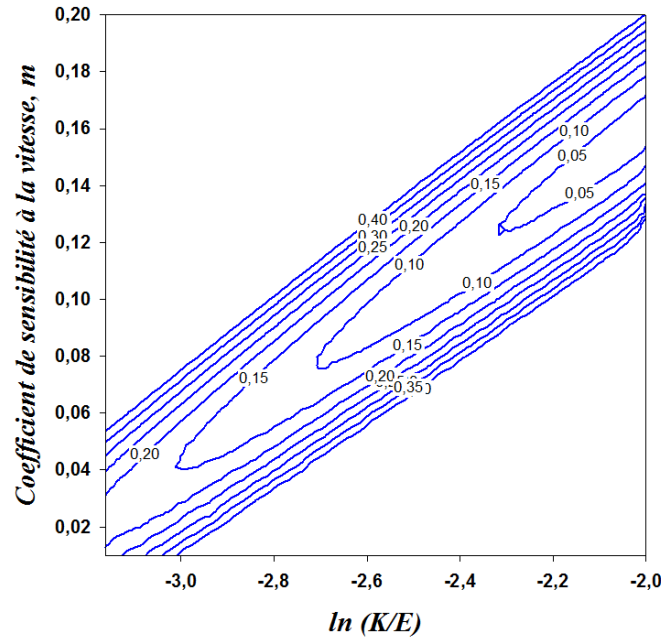


Figure 99: Domaine solution en N^2 obtenue à partir de la grille reconstruite pour $\dot{h}_1 = 0,111 \mu\text{m.s}^{-1}$ et $\dot{h}_2 = 0,880 \mu\text{m.s}^{-1}$ et deux courbes d'indentation conique expérimentales ($\theta = 70,3^\circ$, $\dot{h}_1 = 0,111 \mu\text{m.s}^{-1}$ et $\theta = 70,3^\circ$, $\dot{h}_2 = 0,880 \mu\text{m.s}^{-1}$)

La Figure 99 montre que le domaine de solution est représenté par une ellipse et que notre base de donnée actuelle ne permet d'avoir que les informations dans la moitié de cette ellipse. Ainsi, la minimisation elliptique nous donne, à partir de l'angle de l'ellipse, une valeur de déformation représentative moyenne associée aux deux vitesses égale à $\dot{\epsilon}_{RPM} = 2,14 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Cette valeur de déformation représentative moyenne se situe entre la gamme de vitesse avec laquelle les essais de compression simple ont été effectués.

En guise de comparaison, nous pouvons aussi calculer, à partir de la matrice Hessienne de la fonction au voisinage de la solution identifiée par analyse inverse, la vitesse de déformation représentative moyenne. Le tableau 15 ci-dessous donne, pour différentes vitesses de pénétration, les valeurs de vitesses de déformation représentative moyenne calculées à partir de la matrice Hessienne au voisinage de solutions obtenues par analyse inverse présentées dans le tableau 12.

<i>Solution ($K = 127,377 \text{ MPa.s}^m$, $m = 0,239$, $n = 0,033$)</i>	
$\dot{\epsilon}_{RPM} (s^{-1})$ associée à $\approx 0,1 \mu\text{m.s}^{-1}$	$8,305 \cdot 10^{-5}$
$\dot{\epsilon}_{RPM} (s^{-1})$ associée à $\approx 1 \mu\text{m.s}^{-1}$	$8,460 \cdot 10^{-4}$
$\dot{\epsilon}_{RPM} (s^{-1})$ associée aux 2 vitesses	$2,262 \cdot 10^{-4}$
<i>Solution ($K = 207,689 \text{ MPa.s}^m$, $m = 0,142$, $n = 0,342$)</i>	
$\dot{\epsilon}_{RPM} (s^{-1})$ associée à $\approx 10 \mu\text{m.s}^{-1}$	$5,947 \cdot 10^{-3}$
$\dot{\epsilon}_{RPM} (s^{-1})$ associée à $\approx 50 \mu\text{m.s}^{-1}$	$4,882 \cdot 10^{-2}$
$\dot{\epsilon}_{RPM} (s^{-1})$ associée aux 2 vitesses	$6,158 \cdot 10^{-3}$

Tableau 15: Valeur des vitesses de déformation représentative moyenne calculée à partir de la matrice Hessienne au voisinage des solutions obtenues par analyse inverse.

En ce qui concerne l'identification de n à partir de la grille obtenue à partir de deux angles de cône, la figure 100 nous montre qu'il n'existe pas de jeu de paramètres donnant des courbes d'indentation proches de nos courbes d'indentation expérimentales. Ces résultats corroborent ceux obtenus par analyse inverse.

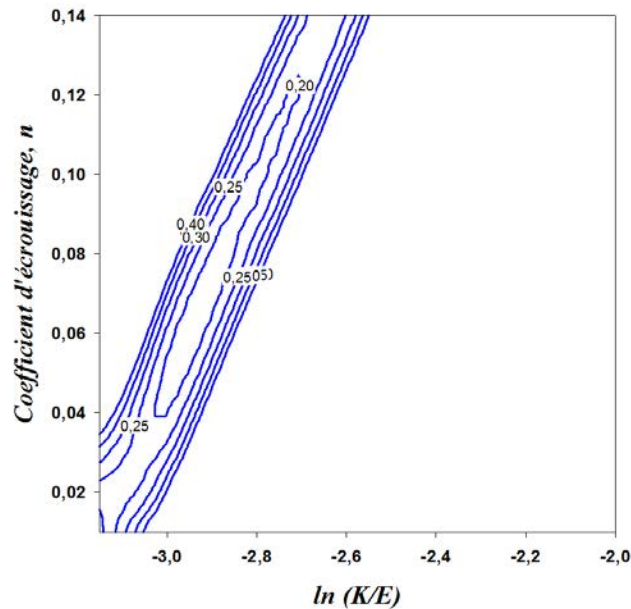


Figure 100: Domaine solution obtenue en considérant deux angles de cône et une vitesse de pénétration égale à $\dot{h} = 1 \mu\text{m.s}^{-1}$

3 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons exploité les résultats de l'identification par analyse inverse. Comme attendu, d'après les résultats obtenus dans le chapitre 4, l'utilisation de deux vitesses de pénétration permet d'identifier le coefficient de sensibilité à la vitesse m avec une très bonne précision tandis que l'utilisation de deux angles de cônes permet d'identifier le coefficient d'écrouissage n . Cependant, l'identification inverse à partir des courbes expérimentales pose un problème de convergence, c'est-à-dire que l'on ne trouve pas de combinaisons de paramètres donnant des courbes qui se superposent avec les courbes d'indentation expérimentales. Ce problème de convergence sur l'identification à partir des courbes expérimentales vient du fait que la loi de comportement du matériau réel n'est pas correctement modélisée par une loi puissance sur une large plage de vitesse de déformation et de déformation.

De plus, malgré le niveau de déformation important d'un petit volume de matière sollicité sous l'indenteur, la réponse globale du matériau sous l'indenteur, représentée ici par l'observable effort en fonction du déplacement, semble être davantage influencée par le volume important de matériau dont le niveau de déformation est faible. La comparaison « brute » des paramètres obtenus par compression et par indentation est alors insensée puisque les paramètres obtenus par indentation sont vraiment représentatifs du comportement du matériau à faible niveau de déformation. L'utilisation du concept de la déformation représentative et de la vitesse de déformation représentative moyenne nous a permis de pallier ce problème et également d'avoir un ordre de grandeur de la vitesse de déformation durant l'essai d'indentation.

Conclusion générale

L'objectif de cette thèse était d'étudier l'influence de la vitesse de déformation sur la réponse à l'indentation des matériaux dont le comportement est sensible à la vitesse de déformation. Pour l'étude, des polymères thermoplastiques tels que le Polycarbonate (PC), le Poly (méthyl méthacrylate) (PMMA), le Polyéthylène à Haute Densité (PEHD) et le Polyamide Nylon 6.6 renforcé à 30% de fibres de verres (PA 6.6-30% GFR) ont été choisis comme matériaux d'études. Des essais de compression simple sur ces matériaux nous ont permis de mettre en évidence leur sensibilité à la vitesse de déformation à température ambiante. De plus, pour le PC et le PMMA, nous avons pu constater l'existence d'un crochet de contrainte au niveau de la courbe contrainte déformation, dû au volume libre dans la matière amorphe. Des essais de traction simple réalisés sur le PC et le PMMA ont par ailleurs permis de constater une dissymétrie de leur comportement en traction et en compression. Dans notre étude, faute de moyen pour piloter des essais de compression et de traction à vitesses de déformation rigoureusement identiques, nous ne pouvons pas expliquer avec certitude la non superposition des comportements obtenus par traction et par compression. Néanmoins, pour des raisons de simplicité, nous avons choisi d'utiliser la contrainte équivalente de Von Mises pour modéliser le comportement mécanique des matériaux cités ci-dessus. Effectivement, pour modéliser la loi de comportement, nous avons choisi d'utiliser la loi de G'sell modifiée et la loi de type puissance. Il est important de souligner que la faible conductivité thermique associée à une faible température de transition vitreuse favorise le phénomène d'auto-échauffement. Ainsi, nous avons montré que la non prise en compte du couplage thermomécanique lors du dépouillement de l'essai de compression pour des vitesses supérieures à 10^{-4} s^{-1} implique une sous-estimation du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation identifié. Par ailleurs, il a été montré que la courbe force-déplacement d'indentation n'est pas influencée par ce phénomène d'auto-échauffement puisque la vitesse de déformation élevée sous l'indenteur ne concerne qu'un petit volume.

L'essai d'indentation a été beaucoup étudié sur des matériaux isotropes dont le comportement est dit « élastique-plastique » car l'interprétation des courbes d'indentation est difficile en raison de champs de déformation et de contrainte très hétérogènes sous l'indenteur. La difficulté d'exploitation des courbes d'indentation est accrue pour les matériaux sensibles à la vitesse de déformation. Dans cette étude nous avons cherché à identifier les paramètres de la loi de G'sell et les paramètres de la loi puissance à partir de courbes d'indentation. Dans un premier temps nous avons choisi de lancer le processus d'identification par analyse inverse à partir de courbes pseudo-expérimentales. Les résultats de cette étude ont montré :

- (i) que l'utilisation d'une seule courbe d'indentation conique obtenue avec un seul angle de cône et une seule vitesse de pénétration ne conduit pas à une solution unique, ni pour la loi de G'sell, ni pour la loi puissance,
- (ii) que l'utilisation de deux vitesses de pénétration, avec un indenteur conique, permet de bien identifier la valeur du coefficient de sensibilité à la vitesse,
- (iii) que l'utilisation d'un indenteur sphérique permet de bien identifier la valeur du coefficient d'écrouissage n et d'approcher correctement la valeur de la consistance K de la loi puissance,
- (iv) qu'il n'est pas possible d'obtenir le jeu de paramètres de la loi de G'sell modifiée même à partir de plusieurs courbes d'indentation. La procédure converge vers un jeu de paramètres qui n'est pas celui utilisé pour obtenir les courbes d'indentation pseudo expérimentales.

Pour l'étude théorique de l'indentation, nous avons considéré la loi puissance à 3 paramètres et nous avons choisi d'utiliser la partie chargement de la courbe force-déplacement en indentation. Nous avons défini les concepts de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative basés sur l'analyse du domaine solution regroupant l'ensemble des paramètres donnant des courbes d'indentation suffisamment proches. Ce concept permet de bien distinguer une déformation représentative et une vitesse de déformation représentative associées aux grandeurs d'indentation considérées. L'étude a permis de montrer :

- (i) que la déformation représentative et la vitesse de déformation représentative dépendent des paramètres de la loi de comportement du matériau contrairement à ce qui a été avancé auparavant dans la littérature [78, 130],
- (ii) que la vitesse de déformation représentative varie en fonction de la pénétration,
- (iii) que la vitesse de déformation représentative est proportionnelle au rapport $\frac{\dot{h}}{h}$, ce qui confirme les résultats de la littérature [77, 115, 117].

Pour notre étude, nous avons choisi d'utiliser une vitesse de déformation représentative moyenne associée à la fonction coût choisie pour quantifier l'écart entre les courbes d'indentation numériques et la courbe de référence. Le concept de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative proposé permet non seulement d'identifier les paramètres rhéologiques de la loi de comportement mais aussi de trouver un domaine où ces paramètres identifiés par indentation ont un sens dans le repère contrainte-déformation.

Il a été montré que l'application de ce concept, sur des matériaux pseudo-numériques dont le comportement est défini par une loi puissance, donne des résultats très satisfaisants. Cependant, lors de l'application sur des matériaux réels, on constate à première vue que le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation est surestimé par rapport à la valeur obtenue à partir d'essais de compression. Le même constat est observé lorsqu'on identifie les paramètres par analyse inverse sur des courbes expérimentales. En réalité, les valeurs de ce coefficient identifiées par l'utilisation du concept proposé ou par analyse inverse sont de l'ordre de grandeur de celle obtenue par compression sur un domaine de déformation correspondant à celui de la déformation représentative en indentation.

Nous avons pu observer que même par analyse inverse, il n'a pas été possible de trouver un jeu de paramètres de la loi puissance capable de donner par simulation des courbes d'indentation se superposant simultanément à deux courbes d'indentation obtenues à partir de deux vitesses de pénétration avec le même angle de cône. De même, qu'il n'a pas été possible de déterminer un jeu de paramètres de la loi puissance capable de donner deux courbes d'indentation obtenues, avec la même vitesse de pénétration, à partir de deux angles de cônes différents. En revanche, lorsqu'on ne considère qu'une seule courbe, on peut trouver plusieurs jeux de paramètres qui donnent des courbes suffisamment proches de la courbe expérimentale. Ceci s'explique par le fait que le comportement du PEHD ne suit pas exactement une loi puissance lorsque l'on considère une large plage de déformation et de vitesse de déformation. Cette remarque s'applique autant à la variation de la contrainte en fonction de la déformation qu'à la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation.

Perspectives

A la lumière des observations précédentes, il semble important pour la suite de l'étude de vérifier tout d'abord la symétrie de la loi de comportement des polymères considérés dans cette étude. Cette vérification devra être suivie d'une réflexion sur la modélisation du comportement de ces matériaux à l'échelle macroscopique de façon parcimonieuse en termes de nombre de paramètres de loi de comportement. De plus, il semble également important de considérer une loi de comportement qui modélise très bien le chargement cyclique puisque certaines zones autour de l'indenteur passent de traction à compression au cours de l'indentation, même si numériquement on peut facilement montrer que la zone affectée par ce changement reste négligeable par rapport au reste du volume de matière déformée sous l'indenteur.

Il serait intéressant aussi de trouver des moyens mathématiques pour développer rigoureusement le concept de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative proposé dans ce travail afin de pouvoir exploiter simplement les courbes d'indentation et obtenir rapidement des informations sur le domaine de validité des résultats obtenus.

Par ailleurs, il serait très avantageux d'appliquer ce concept de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative sur un maintien de charge en vue de déterminer le comportement en fluage des polymères.

Enfin, à plus long terme, les outils développés pour la caractérisation mécanique par indentation des matériaux sensibles à la vitesse de déformation, tels que les polymères à température ambiante, devraient pouvoir être utilisés pour l'étude de matériaux métalliques testés par indentation en température.

ANNEXE

Influence du décalage de la courbe de référence induit par une mauvaise estimation du point zéro sur l'identification par analyse inverse du paramètre de sensibilité à la vitesse

D'après l'étude théorique de l'indentation conique d'un matériau dont le comportement est défini par la loi de type Hollomon, l'effort d'indentation est exprimé par:

$$F = \frac{K}{E} \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m h^2 \Pi_L \left(m, n, \frac{K}{E} \left(\frac{\dot{h}}{h} \right)^m, \theta, \nu \right) \quad (A1.1)$$

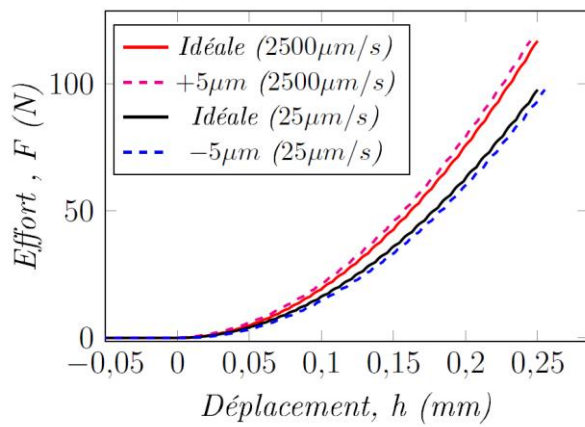
Dans le cas où l'essai est effectué avec un pilotage $\frac{\dot{h}}{h}$ constante, la proportionnalité entre l'effort et le carré de l'enfoncement est vérifiée et par conséquent la courbe de chargement d'indentation peut être fittée par une fonction de type:

$$F = a (h - h_0)^2 \quad (A1.2)$$

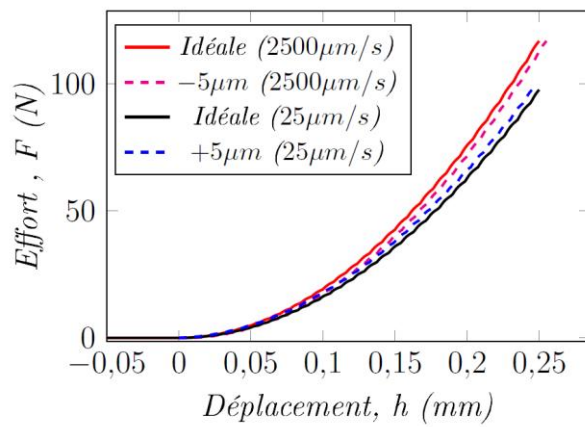
où a et h_0 peuvent être déterminé par régression linéaire malgré les bruits du capteur qui empêche la bonne détermination de h_0 .

Cependant, dans notre cas les essais d'indentation ont été effectués avec une vitesse de pénétration constante et la proportionnalité entre l'effort et la profondeur de pénétration n'est plus valide. Ainsi, nous allons évaluer l'influence de cette incertitude sur l'identification par analyse inverse des paramètres rhéologique à partir d'une courbe d'indentation. Cette étude sera effectuée sur des courbes numériques obtenues par simulation numériques de l'indentation conique ($\theta = 70,3^\circ$) à partir des paramètres de référence indiqués dans le chapitre 4. De plus, nous allons considérer deux vitesses de pénétrations puisque comme nous l'avons vu dans le chapitre 4, l'identification du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation est assurée avec une très bonne précision. Nous avons effectué les simulations numériques de l'essai d'indentation avec des vitesses de pénétration respectivement égales à $\dot{h}_1 = 25 \mu m.s^{-1}$ et $\dot{h}_2 = 2500 \mu m.s^{-1}$. Dans le modèle numérique, l'indenteur n'est pas directement posé sur l'échantillon comme dans le modèle présenté dans le chapitre mais il se situe à une distance connue de l'échantillon. Ainsi, nous allons considérer deux cas à partir des courbes de référence obtenues. Le cas 1 simule la possibilité où la courbe de référence obtenue avec \dot{h}_1 est décalée de $-5 \mu m$ par rapport à sa position idéale et celle obtenue avec \dot{h}_2 est décalée de $+5 \mu m$ tandis que le

cas 2 simule la possibilité où celle obtenue avec \dot{h}_1 est décalée de + 5 μm et celle obtenue avec la vitesse \dot{h}_2 est décalée de -5 μm par rapport la position idéale (Voir figure)



(a) Cas 1



(b) Cas 2

Les résultats présentés dans le tableau suivant montre qu'un décalage de 5 micromètres peut engendrer une erreur d'environ 50% sur l'estimation du coefficient de sensibilité à la vitesse.

Paramètres de référence			Paramètres identifiés (Cas 1)			Paramètres identifiés (Cas 2)		
K (MPa.s ^{-m})	m	n	K (MPa.s ^{-m})	m	n	K (MPa.s ^{-m})	m	n
50	0,06	0,14	37,390	0,093	0,051	30,630	0,029	0,036
Fonction coût (N ²)			0,461			0,490		

Références bibliographiques

- [1] J. Mark, . and et al., *Physical Properties of Polymers*: Cambridge University Press, 2004.
- [2] F. M. Gottfried W. Ehrenstein, *Matériaux polymères: structures, propriétés et applications*, 2000.
- [3] D. Hoagland, "The physics of polymers: Concepts for understanding their structures and behavior, by Gert R. Strobl, Springer-Verlag, New York, 1996. ISBN 3-540-60768-4," *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, vol. 35, pp. 1337-1338, 1997.
- [4] Y. G. Michel Fontanille, *Chimie et physico-chimie des polymères*, 2014.
- [5] C. G'sell, "Instabilités de déformation pendant l'étirage des polymères solides," *Revue de Physique Appliquée*, vol. 23, pp. 1085 - 1101, 1988.
- [6] J. Perez, *Physique et mécanique des polymères amorphes*, Lavoisier ed.
- [7] K. Hagiwara, T. Ougizawa, T. Inoue, K. Hirata, and Y. Kobayashi, "Studies on the free volume and the volume expansion behavior of amorphous polymers," *Radiation Physics and Chemistry*, vol. 58, pp. 525-530, 6/1/ 2000.
- [8] I. H. Hall, *Structure of crystalline polymers*, Elsevier Applied Science ed., 1984.
- [9] J. Rault, *Les polymères solides - Amorphes, élastomères, semi-cristallins*, 2002.
- [10] J.-M. H. A-F. Gourgues-Lorenzon, *Matériaux pour l'ingénieur*.
- [11] L. Lin and A. Argon, "Structure and plastic deformation of polyethylene," *Journal of Materials Science*, vol. 29, pp. 294-323, 1994.
- [12] A. Blaise, "Caractérisation microstructurale d'un PEHD semi-cristallin déformé, par tomographie X et diffusion de lumière polarisée," Doctorat, Université Henri Poincaré - Nancy I.
- [13] M. F. Butler and A. M. Donald, "Deformation of spherulitic polyethylene thin films," *Journal of Materials Science*, vol. 32, pp. 3675-3685, 1997/07/01 1997.
- [14] C. Regrain, L. Laiarinandrasana, S. Toillon, and K. Saï, "Multi-mechanism models for semi-crystalline polymer: Constitutive relations and finite element implementation," *International Journal of Plasticity*, vol. 25, pp. 1253-1279, 7// 2009.
- [15] C. G'Sell and J. J. Jonas, "Yield and transient effects during the plastic deformation of solid polymers," *Journal of Materials Science*, vol. 16, pp. 1956-1974, 1981/07/01 1981.
- [16] X. Guan and R. Pitchumani, "A micromechanical model for the elastic properties of semicrystalline thermoplastic polymers," *Polymer Engineering and Science*, vol. 44, p. 433, 2004.
- [17] L. Holliday and J. White, "The stiffness of polymers in relation to their structure," *Pure and Applied Chemistry*, vol. 26, pp. 545-582, 1971.
- [18] C. Dreistadt, A.-S. Bonnet, P. Chevrier, and P. Lipinski, "Experimental study of the polycarbonate behaviour during complex loadings and comparison with the Boyce, Parks and Argon model predictions," *Materials & Design*, vol. 30, pp. 3126-3140, 9// 2009.
- [19] P. B. Bowden and R. J. Young, "Deformation mechanisms in crystalline polymers," *Journal of Materials Science*, vol. 9, pp. 2034-2051, 1974/12/01 1974.
- [20] C. G'sell, H. El Bari, J. Perez, J. Cavaille, and G. Johari, "Effect of plastic deformation on the microstructure and properties of amorphous polycarbonate," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 110, pp. 223-229, 1989.
- [21] R. Quinson, J. Perez, M. Rink, and A. Pavan, "Components of non-elastic deformation in amorphous glassy polymers," *Journal of materials science*, vol. 31, pp. 4387-4394, 1996.
- [22] R. Young, P. Bowden, J. Ritchie, and J. Rider, "Deformation mechanisms in oriented high-density polyethylene," *Journal of Materials Science*, vol. 8, pp. 23-36, 1973.
- [23] C. Dreistadt, "Analyse expérimentale et modélisation micromécanique du comportement du polycarbonate soumis aux chargements complexes," Metz, 2007.

- [24] E. Oleinik, S. Rudnev, and O. Salamatina, "Evolution in concepts concerning the mechanism of plasticity in solid polymers after the 1950s," *Polymer Science Series A*, vol. 49, pp. 1302-1327, 2007.
- [25] E. Oleinik, S. Rudnev, O. Salamatina, S. Shenogin, M. Kotelyanskii, T. Paramzina, *et al.*, "Energy storage in cold non-elastic deformation of glassy polymers," *e-Polymers*, vol. 6, pp. 366-387, 2006.
- [26] E. F. Oleinik, O. B. Salamatina, S. N. Rudnev, and S. V. Shenogin, "Plastic deformation and performance of engineering polymer materials," *Polymers for Advanced Technologies*, vol. 6, pp. 1-9, 1995.
- [27] E. Oleynik, "Plastic deformation and mobility in glassy polymers," in *Relaxation in Polymers*, ed: Springer, 1989, pp. 140-150.
- [28] L. David and S. Etienne, "Molecular mobility in para-substituted polyaryls. 1. Sub-Tg relaxation phenomena in poly(aryl-ether-ether-ketone)," *Macromolecules*, vol. 25, pp. 4302-4308, 1992/08/01 1992.
- [29] L. C. E. Struik, "Physical aging in amorphous polymers and other materials," TU Delft, Delft University of Technology, 1977.
- [30] T. Tervoort and L. Govaert, "Strain-hardening behavior of polycarbonate in the glassy state," *Journal of Rheology (1978-present)*, vol. 44, pp. 1263-1277, 2000.
- [31] H. G. H. van Melick, L. E. Govaert, and H. E. H. Meijer, "Localisation phenomena in glassy polymers: influence of thermal and mechanical history," *Polymer*, vol. 44, pp. 3579-3591, 6// 2003.
- [32] L. Anand and M. E. Gurtin, "A theory of amorphous solids undergoing large deformations, with application to polymeric glasses," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 40, pp. 1465-1487, 2003.
- [33] E. M. Arruda, M. C. Boyce, and R. Jayachandran, "Effects of strain rate, temperature and thermomechanical coupling on the finite strain deformation of glassy polymers," *Mechanics of Materials*, vol. 19, pp. 193-212, 1995.
- [34] T. Brady and G. Yeh, "Yielding behavior of glassy amorphous polymers," *Journal of Applied Physics*, vol. 42, pp. 4622-4630, 1971.
- [35] R. N. Haward and R. J. Young, *The physics of glassy polymers*: Springer Science & Business Media, 1997.
- [36] J. Lefebvre and B. Escaig, "Plastic deformation of glassy amorphous polymers: influence of strain rate," *Journal of materials science*, vol. 20, pp. 438-448, 1985.
- [37] P. Mott, A. Argon, and U. Suter, "Atomistic modelling of plastic deformation of glassy polymers," *Philosophical Magazine A*, vol. 67, pp. 931-978, 1993.
- [38] H. Van Melick, L. Govaert, and H. Meijer, "On the origin of strain hardening in glassy polymers," *Polymer*, vol. 44, pp. 2493-2502, 2003.
- [39] T.-M. Kung and J. C. M. Li, "Recovery processes in amorphous polymers," *Journal of Materials Science*, vol. 22, pp. 3620-3630, 1987/10/01 1987.
- [40] E. Arruda and M. Boyce, "Evolution of Plastic Anisotropy in Amorphous Polymers during Finite Straining," in *Anisotropy and Localization of Plastic Deformation*, J.-P. Boehler and A. Khan, Eds., ed: Springer Netherlands, 1991, pp. 483-488.
- [41] I. Hay and A. Keller, "Polymer deformation in terms of spherulites," *Colloid & Polymer Science*, vol. 204, pp. 43-74, 1965.
- [42] E. Weynant, J. Haudin, and C. G'sell, "Plastic deformation and solid-phase transformation in polybutene-1," *Journal of Materials Science*, vol. 17, pp. 1017-1035, 1982.
- [43] L. Cangémi and Y. Meimon, "Une approche méso-macro continue pour la modélisation du comportement des polymères semi-cristallins à usage structural," *Mécanique & industries*, vol. 3, pp. 557-570, 2002.

- [44] H. E. Meijer and L. E. Govaert, "Multi-Scale Analysis of Mechanical Properties of Amorphous Polymer Systems," *Macromolecular Chemistry and Physics*, vol. 204, pp. 274-288, 2003.
- [45] R. J. M. Smit, W. A. M. Brekelmans, and H. E. H. Meijer, "Predictive modelling of the properties and toughness of polymeric materials Part III Simultaneous prediction of micro- and macrostructural deformation of rubber-modified polymers," *Journal of Materials Science*, vol. 35, pp. 2881-2892, 2000/06/01 2000.
- [46] R. J. M. Smit, W. A. M. Brekelmans, and H. E. H. Meijer, "Predictive modelling of the properties and toughness of polymeric materials Part II Effect of microstructural properties on the macroscopic response of rubber-modified polymers," *Journal of Materials Science*, vol. 35, pp. 2869-2879, 2000/06/01 2000.
- [47] Z. Bartczak and M. Kozanecki, "Influence of molecular parameters on high-strain deformation of polyethylene in the plane-strain compression. Part I. Stress-strain behavior," *Polymer*, vol. 46, pp. 8210-8221, 9/8/ 2005.
- [48] R. Hiss, S. Hobeika, C. Lynn, and G. Strobl, "Network Stretching, Slip Processes, and Fragmentation of Crystallites during Uniaxial Drawing of Polyethylene and Related Copolymers. A Comparative Study," *Macromolecules*, vol. 32, pp. 4390-4403, 1999/06/01 1999.
- [49] M. Jeridi, H. Chouchene, V. Keryvin, and K. Sai, "Multi-mechanism modeling of amorphous polymers," *Mechanics Research Communications*, vol. 56, pp. 136-142, 2014.
- [50] A. Blaise, "Caractérisation microstructurale d'un PEHD semi-cristallin déformé, par tomographie X et diffusion de lumière polarisée," PhD thesis, Doctorat de l'Université Henri Poincaré-Nancy I, 2011. Spécialité Mécanique et énergétique, 2011.
- [51] J.-L. Chaboche, "Thermodynamic formulation of constitutive equations and application to the viscoplasticity and viscoelasticity of metals and polymers," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 34, pp. 2239-2254, 1997.
- [52] H. Eyring, "Viscosity, plasticity, and diffusion as examples of absolute reaction rates," *The Journal of chemical physics*, vol. 4, pp. 283-291, 1936.
- [53] A. S. Argon and M. Bessonov, "Plastic deformation in polyimides, with new implications on the theory of plastic deformation of glassy polymers," *Philosophical Magazine*, vol. 35, pp. 917-933, 1977.
- [54] M. C. Boyce, D. M. Parks, and A. S. Argon, "Large inelastic deformation of glassy polymers. Part I: rate dependent constitutive model," *Mechanics of Materials*, vol. 7, pp. 15-33, 1988.
- [55] P. Berthoud, C. G'sell, and J. Hiver, "Elastic-plastic indentation creep of glassy poly (methyl methacrylate) and polystyrene: characterization using uniaxial compression and indentation tests," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 32, p. 2923, 1999.
- [56] M. L. Bisilliat, "Comportement mécanique d'un polycarbonate à grande vitesse de sollicitation. Etude expérimentale et simulation," 1997.
- [57] N. Billon, "Effet de couplage thermomécanique dans la caractérisation du comportement de polymères solides," *Mécanique & industries*, vol. 4, pp. 357-364, 2003.
- [58] C. G'sell, S. Boni, and S. Shrivastava, "Application of the plane simple shear test for determination of the plastic behaviour of solid polymers at large strains," *Journal of Materials Science*, vol. 18, pp. 903-918, 1983.
- [59] C. G'sell and J. Jonas, "Determination of the plastic behaviour of solid polymers at constant true strain rate," *Journal of materials science*, vol. 14, pp. 583-591, 1979.
- [60] Y. Tillier, "Identification par analyse inverse du comportement mécanique des polymères solides: applications aux sollicitations multiaxiales et rapides," École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.

- [61] C. Cunat, "A thermodynamic theory of relaxation based on a distribution of non-linear processes," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 131, pp. 196-199, 1991.
- [62] R. Ferhoum, M. Aberkane, and M. O. Ouali, "Modelling of thermal ageing effect on elastic-viscoplastic behaviour of semi-cristallin polymers by DNLR approach," *Procedia Engineering*, vol. 10, pp. 1815-1822, 2011.
- [63] R. Haward and G. Thackray, "The use of a mathematical model to describe isothermal stress-strain curves in glassy thermoplastics," in *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 1968, pp. 453-472.
- [64] L. Anand and N. Ames, "On modeling the micro-indentation response of an amorphous polymer," *International journal of plasticity*, vol. 22, pp. 1123-1170, 2006.
- [65] P. Ferrandez, "Adaptation de l'essai de bipoinçonnement a l'etude des polymeres: influence des conditions de cristallisation sur le comportement rheologique et tribologique d'un polyethylene haute densite," EMP, 1987.
- [66] K. Matsushige, S. Radcliffe, and E. Baer, "The mechanical behavior of poly (methyl methacrylate) under pressure," *Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition*, vol. 14, pp. 703-721, 1976.
- [67] J. Tatibouet and L. Piché, "Ultrasonic investigation of semicrystalline polymers: study of poly (ethylene terephthalate)," *Polymer*, vol. 32, pp. 3147-3151, 1991.
- [68] R. Quinson, "Caractérisation et modélisation de la déformation non élastique des polymères amorphes à l'état solide," 1998.
- [69] J.-S. Dupuy, "Identification des propriétés mécaniques de matériaux composites par analyse vibratoire," Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2008.
- [70] D. Jean-Marie, "Polycarbonates," *Techniques de l'ingénieur Matières thermoplastiques : monographies*, vol. base documentaire : TIB147DUO, 2007.
- [71] M. Philippe, "Polyéthylènes basse densité PE-BD et PE-BDL," *Techniques de l'ingénieur Matières thermoplastiques : monographies*, vol. base documentaire : TIB147DUO, 2011.
- [72] A. L. Andradý and M. A. Neal, "Applications and societal benefits of plastics," *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences*, vol. 364, pp. 1977-1984, 2009.
- [73] L. Govaert, P. Timmermans, and W. Brekelmans, "The influence of intrinsic strain softening on strain localization in polycarbonate: modeling and experimental validation," *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 122, pp. 177-185, 2000.
- [74] A. Mulliken and M. Boyce, "Mechanics of the rate-dependent elastic-plastic deformation of glassy polymers from low to high strain rates," *International journal of solids and structures*, vol. 43, pp. 1331-1356, 2006.
- [75] J. Richeton, S. Ahzi, K. Vecchio, F. Jiang, and A. Makrady, "Modeling and validation of the large deformation inelastic response of amorphous polymers over a wide range of temperatures and strain rates," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 44, pp. 7938-7954, 2007.
- [76] A. Gavrus, "A Rheological Analysis of Solid Polymers Using an Inverse Method Applied to a Finite Element Model of the Torsion and Tensile Tests," *Proceedings of Romanian Academy-Series A (Mathematics, Physics, Technical Sciences, Information Science)*, vol. 11, pp. 363-370, 2010.
- [77] J. Bucaille, E. Felder, and G. Hochstetter, "Identification of the viscoplastic behavior of a polycarbonate based on experiments and numerical modeling of the nano-indentation test," *Journal of Materials Science*, vol. 37, pp. 3999-4011, 2002.
- [78] D. Tabor, *The hardness of metals*: Oxford university press, 2000.
- [79] G. E. Dieter and D. Bacon, *Mechanical metallurgy* vol. 3: McGraw-Hill New York, 1986.

- [80] S. Biwa and B. Storåkers, "An analysis of fully plastic Brinell indentation," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 43, pp. 1303-1333, 1995.
- [81] P. Daniel and M. Denis, "Techniques inverses et estimation de paramètres. Partie 1," *Techniques de l'ingénieur Physique statistique et mathématique*, vol. base documentaire : 42619210, 2008.
- [82] A. Gavrus, "Identification automatique des paramètres rhéologiques par analyse inverse," École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1996.
- [83] P. Daniel and M. Denis, "Techniques inverses et estimation de paramètres. Partie 2," *Techniques de l'ingénieur Physique statistique et mathématique*, vol. base documentaire : 42619210, 2008.
- [84] H. Hertz, "Über die Berührung fester elastischer Körper," 1882.
- [85] A. Love, "Boussinesq's problem for a rigid cone," *The Quarterly Journal of Mathematics*, pp. 161-175, 1939.
- [86] L. Galin, "Spatial contact problems of the theory of elasticity for punches of circular shape in planar projection," *J. Appl. Math. Mech.(PMM)*, vol. 10, pp. 425-448, 1946.
- [87] S. Bulyshev, V. Alekhin, M. Shorshorov, A. Ternovskii, and G. Shnyrev, "Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram," *Ind. Lab.*, vol. 41, pp. 1409-1412, 1975.
- [88] M. F. Doerner and W. D. Nix, "A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments," *Journal of Materials Research*, vol. 1, pp. 601-609, 1986.
- [89] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *Journal of materials research*, vol. 7, pp. 1564-1583, 1992.
- [90] G. Pharr, W. Oliver, and F. Brotzen, "On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation," *Journal of materials research*, vol. 7, pp. 613-617, 1992.
- [91] J. L. Loubet, J. M. Georges, and G. Meille, "Vickers indentation curves of elastoplastic materials," *Microindentation techniques in materials science and engineering, ASTM STP*, vol. 889, pp. 72-89, 1986.
- [92] K. L. Johnson and K. L. Johnson, *Contact mechanics*: Cambridge university press, 1987.
- [93] G. Sundararajan and Y. Tirupataiah, "The hardness-flow stress correlation in metallic materials," *Bulletin of Materials Science*, vol. 17, pp. 747-770, 1994.
- [94] M. Dao, N. Chollacoop, K. Van Vliet, T. Venkatesh, and S. Suresh, "Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation," *Acta materialia*, vol. 49, pp. 3899-3918, 2001.
- [95] L. Brand, "The Pi theorem of dimensional analysis," *Archive for Rational Mechanics and Analysis*, vol. 1, pp. 35-45, 1957.
- [96] Y. P. Cao and J. Lu, "A new method to extract the plastic properties of metal materials from an instrumented spherical indentation loading curve," *Acta Materialia*, vol. 52, pp. 4023-4032, 2004.
- [97] M. Zhao, N. Ogasawara, N. Chiba, and X. Chen, "A new approach to measure the elastic-plastic properties of bulk materials using spherical indentation," *Acta Materialia*, vol. 54, pp. 23-32, 2006.
- [98] Y. Cao and N. Huber, "Further investigation on the definition of the representative strain in conical indentation," *Journal of materials research*, vol. 21, pp. 1810-1821, 2006.
- [99] J.-Y. Kim, K.-W. Lee, J.-S. Lee, and D. Kwon, "Determination of tensile properties by instrumented indentation technique: Representative stress and strain approach," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, pp. 4278-4283, 2006.
- [100] H. Lee, J. H. Lee, and G. M. Pharr, "A numerical approach to spherical indentation techniques for material property evaluation," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 53, pp. 2037-2069, 2005.

- [101] N. Ogasawara, N. Chiba, and X. Chen, "A simple framework of spherical indentation for measuring elastoplastic properties," *Mechanics of materials*, vol. 41, pp. 1025-1033, 2009.
- [102] C. Moussa, X. Hernot, O. Bartier, G. Delattre, and G. Mauvoisin, "Evaluation of the tensile properties of a material through spherical indentation: definition of an average representative strain and a confidence domain," *Journal of Materials Science*, vol. 49, pp. 592-603, 2014.
- [103] A. Nayebi, R. El Abdi, O. Bartier, and G. Mauvoisin, "New procedure to determine steel mechanical parameters from the spherical indentation technique," *Mechanics of Materials*, vol. 34, pp. 243-254, 2002.
- [104] J.-M. Collin, G. Mauvoisin, and P. Pilvin, "Materials characterization by instrumented indentation using two different approaches," *Materials & Design*, vol. 31, pp. 636-640, 2010.
- [105] X. Hernot, C. Moussa, and O. Bartier, "Study of the concept of representative strain and constraint factor introduced by Vickers indentation," *Mechanics of Materials*, vol. 68, pp. 1-14, 2014.
- [106] Y.-T. Cheng and C.-M. Cheng, "Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements," *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 44, pp. 91-149, 2004.
- [107] Y.-T. Cheng and C.-M. Cheng, "Can stress-strain relationships be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters?," *Journal of Materials Research*, vol. 14, pp. 3493-3496, 1999.
- [108] X. Hernot, O. Bartier, G. Mauvoisin, and J. M. Collin, "A universal formulation for indentation whatever the indenter geometry," *Mechanics of Materials*, vol. 81, pp. 101-109, 2// 2015.
- [109] G. Hochstetter, A. Jimenez, and J. Loubet, "Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements," *Journal of Macromolecular Science—Physics*, vol. 38, pp. 681-692, 1999.
- [110] J. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, and B. Gauthier-Manuel, "Nanoindentation with a surface force apparatus," in *Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures*, ed: Springer, 1993, pp. 429-447.
- [111] J. Giró-Paloma, J. Roa, A. M. Díez-Pascual, E. Rayón, A. Flores, M. Martínez, *et al.*, "Depth-sensing indentation applied to polymers: a comparison between standard methods of analysis in relation to the nature of the materials," *European Polymer Journal*, vol. 49, pp. 4047-4053, 2013.
- [112] M. Mayo and W. Nix, "A micro-indentation study of superplasticity in Pb, Sn, and Sn-38 wt% Pb," *Acta Metallurgica*, vol. 36, pp. 2183-2192, 1988.
- [113] B. Lucas, W. Oliver, G. Pharr, and J. Loubet, "Time dependent deformation during indentation testing," in *MRS Proceedings*, 1996, p. 233.
- [114] J.-L. Bucaille, "Simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organiques," École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [115] G. Kermouche, J. Loubet, and J. Bergheau, "Cone indentation of time-dependent materials: The effects of the indentation strain rate," *Mechanics of materials*, vol. 39, pp. 24-38, 2007.
- [116] J. Lemaitre and J.-L. Chaboche, *Mechanics of solid materials*: Cambridge university press, 1994.
- [117] G. Kermouche, J. Loubet, and J. Bergheau, "Extraction of stress-strain curves of elastic-viscoplastic solids using conical/pyramidal indentation testing with application to polymers," *Mechanics of Materials*, vol. 40, pp. 271-283, 2008.

- [118] A. Bower, N. Fleck, A. Needleman, and N. Ogbonna, "Indentation of a power law creeping solid," in *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 1993, pp. 97-124.
- [119] A. Elmustafa, S. Kose, and D. Stone, "The strain-rate sensitivity of the hardness in indentation creep," *Journal of materials research*, vol. 22, pp. 926-936, 2007.
- [120] J. Alkorta, J. M. Martínez-Esnaola, and J. G. Sevillano, "On the elastic effects in power-law indentation creep with sharp conical indenters," *Journal of Materials Research*, vol. 23, pp. 182-188, 2008.
- [121] J. Alkorta, J. Martinez-Esnaola, and J. G. Sevillano, "Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load–penetration data," *Journal of materials research*, vol. 20, pp. 432-437, 2005.
- [122] J. Alkorta and J. G. Sevillano, "Measuring the strain rate sensitivity by instrumented indentation. Application to an ultrafine grain (equal channel angular–pressed) eutectic Sn–Bi alloy," *Journal of materials research*, vol. 19, pp. 282-290, 2004.
- [123] I. N. Sneddon, "The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile," *International Journal of Engineering Science*, vol. 3, pp. 47-57, 1965.
- [124] N. Fujisawa and M. V. Swain, "On the indentation contact area of a creeping solid during constant-strain-rate loading by a sharp indenter," *Journal of materials research*, vol. 22, pp. 893-899, 2007.
- [125] D. S. Stone, J. E. Jakes, J. Puthoff, and A. A. Elmustafa, "Analysis of indentation creep," *Journal of Materials Research*, vol. 25, pp. 611-621, 2010.
- [126] C. Su, E. G. Herbert, S. Sohn, J. A. LaManna, W. C. Oliver, and G. M. Pharr, "Measurement of power-law creep parameters by instrumented indentation methods," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 61, pp. 517-536, 2013.
- [127] F. P. Bowden and D. Tabor, *The friction and lubrication of solids* vol. 2: Wiley Online Library, 1964.
- [128] Y. Yukisaburo, "Frottement des plastiques," *Techniques de l'ingénieur Propriétés générales des plastiques*, vol. base documentaire : TIB152DUO, 1994.
- [129] C. Moussa, X. Hernot, O. Bartier, G. Delattre, and G. Mauvoisin, "Identification of the hardening law of materials with spherical indentation using the average representative strain for several penetration depths," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 606, pp. 409-416, 2014.
- [130] A. Atkins and D. Tabor, "Plastic indentation in metals with cones," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 13, pp. 149-164, 1965.
- [131] M. Chaudhri, "Subsurface strain distribution around Vickers hardness indentations in annealed polycrystalline copper," *Acta Materialia*, vol. 46, pp. 3047-3056, 1998.
- [132] D. G. Truhlar, "Finite difference boundary value method for solving one-dimensional eigenvalue equations," *Journal of Computational Physics*, vol. 10, pp. 123-132, 1972.
- [133] D. N. Gujarati, *Econométrie*: De Boeck Supérieur, 2004.

Abstract

The aim of this thesis is to study the strain rate effects through materials response from indentation test. Polymeric solid material, especially Polycarbonate (PC), Polymethyl methacrylate (PMMA), High Density Polyethylene (HDPE) and Polyamide Nylon 6.6 -30% glass fiber reinforced (PA 6.6-30% GFR), were selected as study materials due to their high strain rate sensitivity even at room temperature.

The first two parts of this work were focused on the study of the thermomechanical behavior of polymer materials. Bibliographical studies of thermoplastic polymer materials, amorphous and semi-crystalline, was established in order to understand their microstructure and deformation mechanism. This study showed that the macroscopic deformation of polymeric material is due to the macromolecular chain mobility induced by existence of free volume and the macroscopic manifestation of the deformation mechanisms is different depending on the type of thermoplastic polymer. In order to justify the choice of the constitutive law used to study the response to indentation of these materials, a review about the different constitutive mechanical behavior at the macroscopic scale proposed in the literature was also established. Moreover, compression tests were performed on study materials with several crosshead speeds values then the results was exploited analytically. These tests have allowed to highlight the strain rate sensitivity and the complication in mechanical macroscopic behavior of these material, including the existence of softening on the stress-strain curve for the PC and PMMA. However, the mechanical behavior of the HDPE and PA 6.6 30% GFR does not display softening phenomenon then consequently, we have used a power-law defined by three parameters for Finite Element Model.

The last three parts were focused on mechanical characterization using Instrumented Indentation Test (IIT). IIT consists in measuring continually the load, induced by an indenter on the surface of the material, in function of the penetration depth. Firstly, numerical simulation of a conical indentation test ($\theta = 70.3^\circ$) with a constant rate displacement ($\dot{h} = 1 \mu\text{m/s}$) was established using the identified G'sell behavior parameters and the power-law parameters from compression test. Parameter identification using Inverse Analysis from numerical material shows the non-uniqueness of G'sell parameters which gives the same indentation curve. Thus, theoretical study of conical indentation test was established considering power-law model. A new concept of the representative strain and the representative strain rate, based on solution domain which associate the set of parameters leading to the same indentation curves, was proposed. Then, an average representative strain rate associate to the penetration depth and depending to the cost functional form was used. This average representative strain rate was estimating either using Hessian matrix close to the solution or from parameters obtained by fitting the solution domain with an ellipse. Very satisfactory results was obtained when identification process using this average representative strain rate is applied to a numerical material define by a power-law model. Furthermore, this new representative strain rate gives some idea on the strain rate induced during a conical indentation test with a constant rate displacement. However, this method could not show its efficiency because the mechanical behavior of the real material is not correctly modeling with a power-law at a wide range of strain and strain rate. Finally, the new concept of the representative strain and the representative strain rate proposed on this work contributes to a new investigation tools to exploit the results form IIT and provide a very interesting perspectives.

Keywords: Mechanical characterization, thermomechanical behavior of polymeric material, Instrumented Indentation Test, representative strain, representative strain rate.

Résumé

L'objectif de cette thèse est d'étudier l'influence de la vitesse de déformation sur la réponse par indentation des matériaux. Les matériaux polymères thermoplastiques, notamment le Polycarbonate (PC), le Polyméthylméthacrylate (PMMA), le Polyéthylène à Haute Densité (PEHD) et le Polyamide Nylon 6,6 renforcé à 30% de fibres de verres (PA 6,6-30% GFR), ont été choisis comme matériaux d'études en raison de leur forte sensibilité à la vitesse de déformation même à température ambiante.

Les deux premières parties de ce travail sont focalisées sur l'étude du comportement thermomécanique des matériaux polymères. Une étude bibliographique sur des matériaux polymères thermoplastiques, amorphes et semi-cristallins, a été effectuée afin de comprendre leur microstructure et leur mécanisme de déformation. Cette étude bibliographique nous a permis de voir que la déformation macroscopique est la résultante de la mobilité des chaînes de macromolécules favorisée par l'existence de volume libre dans la matière et que la signature macroscopique des mécanismes de déformation est différente selon le type de polymère thermoplastique. Un rappel sur les différentes lois de comportement mécanique à l'échelle macroscopique proposées dans la littérature a été également fait dans le but de justifier le choix de la loi de comportement à utiliser pour étudier la réponse à l'indentation de ces matériaux. De plus, des essais de compression simple ont été réalisés sur les matériaux d'étude à différentes vitesses de traverse constantes puis dépouillés analytiquement. Ces essais nous ont permis de mettre en évidence non seulement la sensibilité à la vitesse mais aussi la complexité du comportement mécanique macroscopique de ces matériaux, notamment l'existence d'un crochet de contrainte sur la courbe contrainte-déformation pour le PC et le PMMA. En revanche, pour le PEHD et le PA 6,6 30 % GFR, le comportement ne présente pas de crochet de contrainte et en conséquence, nous avons pu le modéliser par une loi puissance à trois paramètres.

Les trois derniers chapitres de cette thèse sont consacrés à la caractérisation mécanique des matériaux par indentation. L'essai d'indentation consiste à enfoncer un pénétrateur à la surface d'un matériau dans le but de déterminer son comportement mécanique. En premier lieu des simulations numériques de l'essai d'indentation conique ($\theta = 70,3^\circ$) à une vitesse de pénétration constante ($\dot{h} = 1 \mu\text{m/s}$) ont été effectuées à partir des paramètres de la loi de G'sell modifiée et de la loi puissance identifiés par compression. L'identification par analyse inverse des paramètres de la loi de G'sell modifiée à 7 paramètres sur des courbes pseudo-expérimentales nous a permis de confirmer la non unicité de la solution. Ainsi, nous avons effectué l'étude théorique de l'indentation sur des matériaux pseudo-expérimentaux en utilisant la loi puissance. Un nouveau concept de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative, basé sur l'analyse du domaine de solution regroupant l'ensemble des paramètres donnant les mêmes courbes d'indentation, a été proposé. Ainsi, une vitesse de déformation représentative moyenne associée à une profondeur de pénétration donnée a été utilisée. Elle dépend de la forme de la fonction coût choisie. Cette vitesse de déformation représentative moyenne a été calculée soit en utilisant la matrice Hessienne au voisinage des paramètres solutions, soit à partir des paramètres d'une ellipse obtenue par régression elliptique. La procédure d'identification des paramètres de la loi puissance par indentation utilisant ce concept de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative, appliquée sur un matériau pseudo-expérimental donne des résultats très satisfaisants. De plus, ce concept de vitesse de déformation représentative permet également d'avoir un ordre de grandeur de la vitesse de sollicitation engendrée lors d'un essai d'indentation à vitesse de pénétration constante. Sur les matériaux d'étude en revanche la méthode n'a pu révéler son potentiel puisque la loi de comportement de ces matériaux n'est pas correctement modélisée par une loi puissance sur une large plage de déformation et de vitesse de déformation. Enfin, le concept de déformation représentative et de vitesse de déformation représentative proposé dans ce travail apporte de nouveaux outils d'analyse et d'exploitation des données de l'indentation et offre des perspectives très intéressantes.

Mots clés : *Caractérisation mécanique, comportement thermomécanique des polymères, Indentation instrumentée, déformation représentative, vitesse de déformation représentative.*